



Universidad
Carlos III de Madrid

TESIS DOCTORAL

Sistema de imagen infrarroja para la caracterización in-situ del comportamiento a fuego de materiales compuestos

Autor:

Sergio Sánchez Carballido

Directores:

Juan Meléndez Sánchez

Fernando López Martínez

DEPARTAMENTO DE FÍSICA

Leganés, Mayo 2017



Universidad
Carlos III de Madrid

TESIS DOCTORAL

Sistema de imagen infrarroja para la caracterización in-situ
del comportamiento a fuego de materiales compuestos

Autor: *Sergio Sánchez Carballido*

Directores:

Juan Meléndez Sánchez
Fernando López Martínez

Firma del Tribunal Calificador

Firma

Presidente:

Vocal:

Secretario:

Calificación:

Leganés, de de

*A mis padres y a mi hermano
que me apoyaron siempre*

Agradecimientos

Quiero comenzar mostrando mi más sincero agradecimiento al profesor *Fernando López Martínez*, que desde el comienzo de mi carrera investigadora ha sido una influencia fundamental gracias a su confianza y a todas las oportunidades ofrecidas, que me han permitido participar y conocer los diferentes niveles de la tarea investigadora más allá del primordial trabajo de laboratorio.

De igual sinceridad y significación es mi agradecimiento al profesor *Juan Meléndez Sánchez* por su entrega a lo largo de todos estos años para enseñarme y dirigirme con la mayor paciencia y dedicación, estando siempre dispuesto a compartir su extraordinario conocimiento en todos los campos de mi investigación. No obstante, el aprendizaje más valioso que he adquirido de él, va mucho más allá del ámbito académico, ya que me llevo una filosofía profesional basada en la honestidad, el esfuerzo, la auto-crítica y en buscar la recompensa en el trabajo bien hecho.

El trabajo presentado en esta tesis doctoral significa la culminación de una etapa en la que han participado personas muy importantes para mi, que me han ayudado enormemente y que siempre han estado en los buenos y sobre todo en los malos momentos. Quiero agradecer a mis padres y a mi hermano que siempre me han apoyado con la mayor confianza y los mejores consejos. No menos importante han sido el resto de mi familia y amigos que siempre han comprendido y apoyado mi sacrificio, y por ello siempre os estaré agradecido.

Por supuesto, quiero mandar un cariñoso agradecimiento a todos mis compañeros del Laboratorio de Infrarrojos de la Universidad Carlos III de Madrid (*el LIR*), con los que he compartido de primera mano esta experiencia. Quiero aprovechar para transmitir mi reconocimiento más especial a Celeste Justo, ha sido mi compañera y amiga más próxima desde el primer día que se incorporó al laboratorio; su inteligencia, generosidad y magnífico carácter han sido clave durante todos estos años, y a ella le pertenece una gran parte del mérito del desarrollo de esta tesis. Quiero agradecer igualmente a Miguel Rodríguez, persona extraordinaria de la que he aprendido tanto, y a Víctor Gil cuyos admirables valores me han hecho crecer personalmente como quizás nadie lo hizo. Sin duda no quiero olvidar manifestar mi gratitud al resto de compañeros que pasaron de forma tan influyente por mi lado a lo largo de este periodo: Raquel, Felipe, Guillermo, David, Antonio, Susana, Ramón, Fran, Irene, Leticia, Isabel, Andrés, Alberto, Domingo, David, Josué, Fernando.

A todos, ¡Gracias!

Resumen

Un nuevo sistema de medida no intrusivo basado en imagen infrarroja cuantitativa ha sido diseñado y desarrollado específicamente para el estudio de materiales compuestos sometidos a fuego. El sistema consiste en dos cámaras infrarrojas que miden ambas caras de una muestra plana durante un ensayo a fuego, proporcionando mapas espacialmente corregidos de la evolución temporal de la temperatura. Los efectos de la llama en la medida de temperatura son minimizados mediante la selección de una banda espectral con una absorción-emisión infrarroja despreciable (longitud de onda de centrado 9585 nm, y anchura a mitad del máximo 135 nm), además de un post-procesado digital basado en el estudio en frecuencias de las dinámicas de cambio de temperatura en la muestra y en la llama. Un experimento *ad hoc* ha mostrado que este procedimiento recupera la temperatura superficial con una incertidumbre de $\pm 5 K$, comparado con un error sistemático mayor de 60 K para una medida de termografía clásica. La emisividad superficial de ambos lados de la muestra se mide antes y después del ensayo a fuego y se incluye en el procedimiento de medida.

Añadiendo una lámpara flash, el sistema implementa una adaptación del método flash clásico de Parker *et al.* para muestras térmicamente anchas (como son las muestras de material compuesto fibra-polímero quemadas), para obtener en un punto de la muestra la difusividad térmica, la conductividad térmica y el calor específico volumétrico. Además, el uso de la lámpara flash ha permitido calentar toda la superficie de las muestras ensayadas, obteniéndose en un único experimento a flash una imagen de la difusividad efectiva en cada punto de toda la muestra. En la región más degradada por el fuego, la difusividad térmica efectiva se reduce aproximadamente un orden de magnitud comparada con el valor previo al ensayo a fuego (desde $5,8 \cdot 10^{-7} m^2 \cdot s^{-1}$ a $0,5 \cdot 10^{-7} m^2 \cdot s^{-1}$). El resultado de la difusividad térmica tras la quema contiene la información sobre la degradación producida durante el ensayo a fuego. Mediante la correlación con la medida de temperatura durante el ensayo, se puede analizar el vínculo entre los procesos de degradación y la temperatura. Las capacidades del sistema propuesto han sido evaluadas mediante varios ensayos a fuego (once ensayos en base a la norma ISO-2685 : 1998, y una quincena de ensayos con un quemador escalado al de la norma) realizados en muestras de diferentes materiales compuestos

fibra-polímero (diferenciados por la fabricación y la colocación de la fibra, y por el polímero aglutinante), mostrando que la difusividad térmica después de la quema presenta una fuerte correlación con la temperatura máxima alcanzada localmente durante el ensayo.

El análisis de un ensayo a fuego concreto ha servido de hilo conductor para la intercomparación entre las diferentes técnicas e investigaciones realizadas. Este ensayo concretamente, ha mostrado un cambio drástico en la difusividad térmica frente a la temperatura alcanzada en torno a $\approx 250^\circ\text{C}$ y $\approx 450^\circ\text{C}$. El estudio de los resultados experimentales de difusividad térmica frente a la temperatura ha permitido el desarrollo y validación de un modelo de elementos finitos en tres dimensiones para la variación de la difusividad térmica en función de la máxima temperatura alcanzada en el estado estacionario del ensayo. Este modelo permite realizar un exhaustivo análisis del estado de degradación de las capas internas de la muestra, y definir las temperaturas de inicio y fin de la degradación por pirólisis en el material.

Un ensayo a fuego, como los analizados anteriormente en las placas de materiales compuestos fibra-polímero, es conceptualmente análogo a un calentamiento escalón y puede ser modelado mediante la ecuación del calor unidimensional. Para el modelado, la placa se contempla como un sistema lineal caracterizado por una respuesta a impulso, que relaciona las temperaturas de la cara delantera (expuesta directamente al fuego) y la cara trasera, y depende de dos parámetros: la difusividad térmica (α) y el número de Biot (Bi). Tomando como entrada la evolución temporal de la temperatura en la cara delantera, la salida del modelo para cada pareja (α , Bi) es una predicción de la temperatura de la cara trasera de la muestra. En cada punto de la placa, α y Bi pueden ser recuperados mediante el ajuste de la temperatura modelada a la experimental, asignando a cada punto el par (α , Bi) que devuelve el mejor ajuste. Estos parámetros son un buen indicador del daño térmico, y por lo tanto su medida es de particular interés para entender los procesos de degradación asociados con la acción del fuego. Esta recuperación de los parámetros ha sido posible gracias a la medida de la evolución de la temperatura para ambas caras de la placa proporcionada por el sistema desarrollado. Mediante este procedimiento se consigue, por primera vez, la medida de α y Bi *in situ* durante los ensayos a fuego. El valor de α obtenido así (que varía desde $\approx 7 \cdot 10^{-7}$ cerca de los bordes, hasta $\approx 0,5 \cdot 10^{-7}$ en la región más afectada por la llama) ha sido comparado con las medidas realizadas con el método flash después de los ensayos a fuego, con las muestras a temperatura ambiente. Se ha observado una buena correspondencia entre ambos resultados, y las diferencias pueden atribuirse a la dependencia de la difusividad térmica con la temperatura. A través de esta comparación se ha identificado $T = 450^\circ\text{C}$ como la temperatura crítica que separa dos regímenes de cambio de α con la temperatura, relacionados con los diferentes estadios de degradación en la muestra, y con pendientes de $-1,5 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ para $T < 450^\circ\text{C}$ y $3 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ for $T > 450^\circ\text{C}$.

Abstract

A novel non-intrusive measurement system based on quantitative infrared imaging has been designed and developed specifically for the study of composite plates submitted to fire. The system consists of two synchronized infrared cameras that image both sides of the sample during a fire test, providing surface temperature maps spatially corregistered. Flame effects on measured temperature are minimized through selection of a spectral band with near negligible infrared absorption-emission (wavelength centre 9585 nm , full width at half maximum 135 nm), as well as software post-processing. An *ad hoc* experiment has shown that this procedure retrieves surface temperatures with an uncertainty of $\pm 5\text{ K}$, compared to a systematic error larger than 60 K for a classic thermographic measurement. Surface emissivities of both sides of the sample are measured and included in the retrieval procedure.

By adding a flash lamp, the system implements an adaptation of the classical Parker's flash method to thermally thick samples, providing also a map of thermal diffusivities along the sample both before and after the burning. In the region most degraded by fire, the effective thermal diffusivity is reduced approximately one order of magnitude as compared to the pre-test value (from $5,8 \cdot 10^{-7}\text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ to $0,5 \cdot 10^{-7}\text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$). The thermal diffusivity result after the fire test contains the information on the degradation by fire produced during the fire test; therefore, an analysis of the relation between the degradation and temperature can be performed through the temperature measurement during the fire test with the developed system. Several composite samples (different in manufacturing, fabrics placement and polymer) have been analysed while exposed to fire in different conditions (eleven tests with the standard ISO-2685:1998, and fifteen tests with a burner scaled to the standard), showing that thermal diffusivity after the burning is strongly correlated with the local maximum temperature reached during the test.

A specific fire test has been used as guiding thread for the comparison between the different parts of the research. In this test, in the temperature range between $\sim 250^\circ\text{C}$ and $\sim 450^\circ\text{C}$, two drastic changes in diffusivity seems to takes place in a way that suggest a phase change. The study of the experimental results of thermal diffusivity versus temperature has allowed for the development and validation of a 3D

finite element model of the thermal diffusivity change as function of the maximum temperature reached in the stationary state of the fire test. This model provides an exhaustive analysis of the degradation state in the internal layers of the sample.

A fire resistance test, as performed on plates of carbon fibre reinforced polymer composites, is conceptually analogous to a step heating, and can be modelled by the one-dimensional heat equation. Thus modelled, the plate operates as a linear system with an impulse response function that relates temperatures at the front face (the one exposed to fire) and the rear face, and depends on two parameters, namely thermal diffusivity (α) and Biot number (Bi). Taking as input the time evolution of temperature at the front face, the output of the model for each (α , Bi) couple is a predicted temperature for the rear side of the plate. At each point of the plate, α and Bi can be retrieved by fitting the predicted temperature to the experimental one. These parameters are good quantitative indicators of thermal damage, and therefore its measurement has a particular interest to understand degradation processes associated with fire action. To perform their retrieval as described, temperature measurement for both faces of the plate during the experiment, measured with the developed system, has been used. Applying the fitting procedure described to these temperature maps makes possible, for the first time, to measure α and Bi *in situ* during the fire test. The value of α obtained by this procedure (varying from $\approx 0,5 \cdot 10^{-7} m^2 \cdot s^{-1}$ in the region most affected by fire, to $\approx 7,0 \cdot 10^{-7} m^2 \cdot s^{-1}$ near sample edges) has been compared to those measured after the test, on samples at room temperature, with the classical flash method. A good general agreement has been found, with differences that can be attributed to the temperature dependence of diffusivity. From this comparison, a critical temperature of $T = 450^\circ C$ has been identified, which separates two different regimes, probably related to different degradation states, with slopes of $-1,5 \cdot 10^{-9} m^2 \cdot s^{-1} \cdot K^{-1}$ for $T < 450^\circ C$ and $3 \cdot 10^{-10} m^2 \cdot s^{-1} \cdot K^{-1}$ for $T > 450^\circ C$.

Índice general

Resumen	I
Abstract	III
Índice	VIII
I Introducción	1
1. Motivación e hipótesis de trabajo	3
1.1. Objetivos	4
1.2. Trabajos realizados	6
1.3. Estructura de esta tesis	8
2. Materiales compuestos fibra-polímero sometidos a fuego o alta temperatura	11
2.1. Degradación de los materiales compuestos por efecto de la temperatura y el fuego	13
2.1.1. Daño inducido por el fuego	14
2.2. Propiedades de respuesta a fuego de los materiales compuestos	16
2.3. Técnicas de caracterización de los materiales compuestos sometidos a fuego	19
2.4. Ensayos a fuego para materiales compuestos	20
3. Fundamentos físicos	23
3.1. Termografía infrarroja	23
3.2. Fundamentos físicos de la termografía infrarroja	25
3.2.1. El espectro electromagnético	25
3.2.2. Magnitudes radiométricas	26
3.2.3. Leyes fundamentales de la radiación	27
3.2.4. Emisividad	30

3.2.5.	Absortancia, reflectancia y transmitancia. Ley de Kirchhoff . .	30
3.2.6.	Parámetros que afectan a la emisividad	31
3.3.	La medida en termografía infrarroja	32
3.3.1.	La fuente de radiación	33
3.3.2.	El medio	34
3.4.	El sistema óptico	35
3.4.1.	Términos y parámetros ópticos	36
3.4.2.	No idealidades ópticas	38
3.5.	El detector	38
3.5.1.	Ruido en el detector	40
3.6.	Electrónica de lectura y acondicionamiento de la señal	40
3.7.	Figuras de mérito	41
3.8.	Transferencia de calor: Teoría básica	44
3.9.	Leyes de la transferencia del calor	45
3.10.	Propiedades térmicas	45
3.10.1.	Calor específico	45
3.10.2.	Conductividad térmica	46
3.10.3.	Conducción: Ley de Fourier	46
3.10.4.	Convección: Ley de enfriamiento de Newton	46
3.10.5.	Radiación: Ley de Stefan-Boltzmann	47
3.11.	Ecuación del calor	47
3.11.1.	Condiciones de contorno	49
3.12.	Caracterización y modelado de materiales compuestos en ensayos a fuego	50
3.12.1.	Modelado térmico de los materiales compuestos en condiciones de fuego	50
3.12.2.	Caracterización y modelado de las propiedades térmicas de compuestos en descomposición	52

II Sistema desarrollado para la medida de temperatura durante ensayos a fuego 55

4.	Sistema de medida	57
4.1.	Ensayos a fuego realizados (ISO2685:1998)	57
4.2.	Razonamiento del diseño del sistema de medida durante ensayos a fuego	59
4.2.1.	Requerimientos básicos	59
4.2.2.	Decisiones de diseño	61
4.2.3.	Especificaciones técnicas del sistema	66
5.	Procesado radiométrico y filtrado de llama	69
5.1.	Corrección de no uniformidades (NUC)	69
5.2.	Corrección de píxeles malos	73
5.3.	Calibración de la cámara	74
5.3.1.	Calibración de los ensayos a fuego	76
5.4.	Corrección de la deriva térmica durante ensayos a fuego	77
5.5.	Software de procesado	77
5.6.	Filtrado espectral de la llama	77

5.7.	Filtrado digital de la llama	79
5.8.	Incertidumbre en la obtención de temperatura a través de la llama . .	85
5.9.	Georeferenciación	87
5.10.	Medida de la emisividad de materiales compuestos quemados y no quemados	87
5.10.1.	Incertidumbre en la medida de la emisividad	88
5.10.2.	Procedimiento experimental y resultados de la medida de emisividad	89
6.	Estudio de la temperatura durante los ensayos a fuego	91
6.1.	Estudio termográfico del ensayo a fuego	91
6.2.	Estudio de perfiles de temperatura frente al tiempo	96
6.2.1.	Correlación de perfiles temporales con imágenes	98
6.2.2.	Ensayo a fuego de larga duración	102
6.3.	Recopilación de resultados de varios ensayos según la norma ISO-2685	103
III	Caracterización antes y después de ensayos a fuego	109
7.	Obtención de las propiedades térmicas de materiales compuestos sometidos a fuego mediante termografía activa	111
7.1.	El método flash: Introducción	112
7.2.	Montaje del sistema para la caracterización de las propiedades térmicas	114
7.3.	Método flash: Modelo ideal	115
7.4.	Modelado del experimento flash con pérdidas por enfriamiento	117
7.4.1.	Solución de la ecuación del calor unidimensional	117
7.4.2.	Ecuaciones adimensionales	120
7.4.3.	Modelado utilizando como parámetros la difusividad térmica y el número de Biot	121
7.5.	Método flash adaptado	123
7.6.	Caracterización y calibración del sistema de excitación flash	125
7.7.	Incertidumbre en la obtención de los parámetros térmicos	129
7.7.1.	Incertidumbre en la difusividad térmica	129
7.7.2.	Incertidumbre en el calor específico volumétrico	132
7.7.3.	Incertidumbre en la conductividad térmica	133
8.	Medida de las propiedades térmicas antes y después de la quema	135
8.1.	Propiedades térmicas frente al tiempo de quema	135
8.2.	Propiedades térmicas frente a región superficial	138
8.2.1.	Correlación entre las imágenes de temperatura máxima y difusividad térmica	140
8.2.2.	Modelo de degradación a partir de los resultados experimentales	145
8.3.	Análisis estructural tras el ensayo a fuego	151
8.3.1.	Fundamentos. Teoría de ondas térmicas	151
8.3.2.	Termografía pulsada de fase (PPT)	152
8.3.3.	Estudio de los defectos internos	153
8.3.4.	Análisis visual de la muestra tras el ensayo	154

IV	Caracterización durante ensayos a fuego	157
9.	El ensayo a fuego presentado como un ensayo de análisis no destructivo infrarrojo	159
9.1.	Modelo teórico	159
9.2.	Respuesta a excitación escalón	162
9.2.1.	Física del estado estacionario. Obtención del número de Biot .	165
9.3.	Quema como experimento con excitación escalón	166
9.4.	Temperatura en la cara trasera como función de la temperatura medida en la cara de la llama	167
10.	Medida de las propiedades térmicas durante la quema	169
10.1.	Procedimiento de ajuste	170
10.1.1.	Adaptaciones para aplicación a imagen completa	171
10.1.2.	Procedimiento definitivo para generalización a cualquier ensayo a fuego (ajuste del enfriamiento)	176
10.2.	Imagen de número de Biot	179
10.3.	Imagen de difusividad térmica	180
10.4.	Comparación entre difusividad durante quema y posquema	182
V	Conclusiones	187
11.	Resumen y análisis crítico de los resultados	189
	Apéndices	201
	Apéndice A: Procedimientos	203
11.1.	Apéndice A.1: Procedimiento para la medida de temperatura en ensayos a fuego	204
11.2.	Apéndice A.2: Procedimiento de medida de la emisividad	212
11.3.	Apéndice A.3: Procedimiento de medida de las propiedades térmicas .	216
	Apéndice B: Curriculum Vitae y contribuciones	221
	Bibliografía	238

PARTE I

INTRODUCCIÓN

Motivación e hipótesis de trabajo

Los **materiales compuestos de matriz polimérica reforzada con fibra (FRP)** son actualmente un estándar en muchas aplicaciones debido a su ligereza y su resistencia estructural. En particular, han experimentado un auge especialmente significativo en la industria aeronáutica (en la nueva generación de aeronaves, el Airbus A350 XWB y el Boeing 787, más del 50 % de su peso son estructuras de materiales compuestos), y además están expandiéndose ampliamente en otras áreas (como son las industrias del transporte marítimo, la automovilística, la generación de energía eólica, la ingeniería civil y la del petróleo y el gas natural).

Los materiales compuestos FRP sufren cambios drásticos en sus propiedades térmicas y mecánicas cuando están sometidos a condiciones de alta temperatura o fuego. Este hecho supone un problema de primera magnitud en las aplicaciones en las que la seguridad y la fiabilidad son exigencias cruciales (por ejemplo, en el transporte o la obra civil). En estos campos, un mayor conocimiento del comportamiento de los materiales compuestos en condiciones extremas, como la de exposición a una llama, es un reto inevitable para romper las barreras a nuevas aplicaciones, desarrollar nuevos materiales, y asegurar su implementación en la industria.

Cuando un material compuesto es sometido a fuego, una serie de procesos térmicos, químicos y estructurales tienen lugar: transmisión de calor desde la llama al sólido y a través de él; descomposición (pirólisis) de la matriz polimérica; generación y absorción de calor debidas a esta descomposición; flujo de gases calientes procedente de la descomposición a través del material; pérdidas de calor por radiación y convección

desde la superficie del material al ambiente; y otros efectos mecánicos como expansión térmica, esfuerzos inducidos térmicamente, roturas de la matriz, delaminaciones, etc.

Hasta la fecha se han realizado una gran cantidad de investigaciones para entender mejor este complejo proceso. Se han utilizado técnicas de laboratorio [1–4] para estudiar las reacciones de descomposición y medir las propiedades térmicas: estudios microscópicos han revelado los diferentes daños estructurales [5], y diversos modelos de fuego han proporcionado predicciones de la evolución de la temperatura en el interior del material así como estimaciones del tiempo de fallo en condiciones de exposición a fuego [6–9].

Sin embargo, a pesar de todo el trabajo de investigación realizado, los ensayos de certificación son todavía indispensables para demostrar que las estructuras de material compuesto cumplen con los requerimientos de las autoridades certificadoras. En los ensayos de resistencia a fuego, una muestra es sometida a un fuego de características específicas durante un tiempo prescrito, para medir alguna de sus propiedades de respuesta a fuego, el daño generado y determinar si satisface los criterios de comportamiento. Actualmente, existe un gran número de procedimientos para ensayos a fuego que son utilizados rutinariamente en la industria, con diversas fuentes de excitación y parámetros examinados.

Ya que los ensayos a fuego son destructivos, caros y complicados de realizar, es de gran importancia minimizar su número, aumentando la información obtenida de cada uno de ellos. Sin embargo, la caracterización realizada de estos materiales está limitada por las complicaciones obvias asociadas a las condiciones extremas y cambiantes de la medida en condiciones de fuego. Junto con las medidas directas del tiempo hasta el fallo y la inspección visual del estado de la muestra tras el ensayo, los resultados comúnmente medidos son el tiempo hasta el inicio de la combustión, la tasa de liberación de calor, la pérdida de masa o las propiedades del humo y los gases liberados en la combustión. Se puede afirmar que existe un gran interés por parte de la industria como proveedor y como usuario de ensayos a fuego para acrecentar y mejorar la información obtenida durante su ejecución.

1.1 Objetivos

En consonancia con las exigencias de diseñadores y fabricantes de materiales compuestos, el objetivo general que ha guiado el desarrollo de la investigación en esta tesis ha sido el desarrollo de un nuevo sistema de medida basado en la **termografía infrarroja** que, junto con una metodología de trabajo apropiada, permita obtener una exhaustiva **caracterización de la resistencia a fuego de los materiales compuestos FRP**, explorando en profundidad el tratamiento de los datos para

obtener el máximo partido de las medidas experimentales.

Más específicamente nos hemos centrado en:

La medida y caracterización de muestras planas de materiales compuestos de matriz polimérica reforzados con fibra de carbono durante ensayos a fuego mediante el uso de termografía infrarroja.

De forma implícita, este objetivo conlleva la estimación unívoca de magnitudes físicas como la *temperatura* o las *propiedades térmicas* de los materiales analizados. Para su realización nos hemos propuesto las siguientes condiciones:

- a. Se emplearán cámaras infrarrojas como única instrumentación. A fin de lograr una caracterización exhaustiva del ensayo, se medirá la muestra por ambas caras, lo que requerirá desarrollar un sistema de medida basado en dos cámaras y poner en practica una metodología que permita obtener la información del comportamiento de las dos caras.
- b. Las medidas deben ejecutarse en el laboratorio de ensayos a fuego durante los propios ensayos y en ningún caso deben perturbar el procedimiento del ensayo o dañar la muestra ensayada. Esto supone realizar las medidas en un ambiente industrial, con un alto nivel de partículas, y con las cámaras sometidas a importantes cambios en la temperatura ambiente.
- c. Evitar la manipulación sobre las muestras una vez quemadas, ya que éstas son muy frágiles y quebradizas, pudiendo romperse o alterar parte de su estructura, con lo que se perturbaría la interpretación de los resultados.

De acuerdo con estas exigencias, el sistema desarrollado está formado por dos cámaras infrarrojas que se utilizan para medir la distribución de temperatura en ambas caras de una muestra plana, en función del tiempo, en condiciones de ensayo reales y eliminando los efectos no deseados procedentes de la llama. El mismo montaje permite medir los principales parámetros térmicos, antes, después y durante el ensayo a fuego.

Una ventaja clave de esta aproximación es que una única técnica, la termografía infrarroja, facilita toda la información. Además, es una técnica rápida, no destructiva, sin contacto. Otra ventaja importante es que la termografía infrarroja proporciona imágenes en vez de medidas puntuales, por lo que se cuenta con una valiosa información espacial de la que otras técnicas carecen.

El sistema desarrollado ha permitido medir la temperatura en condiciones en las que no se ha podido medir hasta ahora, como es en la superficie impactada por la

llama durante el ensayo. Esta medida de temperatura se realiza *in-situ*, sin contacto, sin perturbar ninguno de los procedimientos de trabajo establecidos en los laboratorios de ensayos a fuego y sin ninguna manipulación adicional de la muestra ensayada. De este modo, se dispone del valor fiable de esta magnitud física que está directamente relacionada con todos los procesos que tienen lugar durante el ensayo a fuego; así, la medida de temperatura ha sido utilizada a lo largo de todas las etapas de esta investigación permitiendo relacionar los resultados obtenidos e incluso obtener otros nuevos.

Para obtener el máximo partido de la información experimental obtenida durante el ensayo, a lo largo de la tesis se ha requerido la implementación de procesados específicos para el análisis de los resultados. El recurso utilizado durante toda la tesis para entender la física detrás de los procesos medidos y para caracterizar los materiales, ha sido el desarrollo de modelos matemáticos, bien sea analíticos o numéricos de elementos finitos, que permiten interpretar los resultados experimentales medidos con las cámaras infrarrojas para describir el comportamiento del material en los diferentes experimentos. Desde un punto de vista metodológico, con los modelos desarrollados no se ha pretendido realizar un análisis detallado de todos los procesos físicos, que ya han sido tenidos en cuenta en estudios de otros autores. El objetivo ha sido, por el contrario, buscar modelos que, siendo lo más sencillos posibles, describan correctamente la rica fenomenología experimental que nos proporcionan las cámaras. La idea es que, pese a la complejidad de los procesos que tienen lugar en un ensayo a fuego, si un modelo es capaz de reproducir el comportamiento térmico captado por las cámaras, a lo largo de todo el ensayo y en toda la superficie, ese modelo está recogiendo la física esencial del problema, y será capaz de proporcionar predicciones suficientemente correctas sobre el comportamiento a fuego como para poder minimizar el número de ensayos.

Aunque la aproximación propuesta tiene un amplio campo de aplicación, el presente trabajo se centra en un tipo de ensayos a fuego específicos: aquellos utilizados para evaluar las estructuras de **materiales compuestos de matriz polimérica reforzados con fibra de carbono** mediante el uso de un quemador tipo jet, para comprobar la capacidad del material para resistir y contener el fuego. Muchos ensayos a fuego industriales utilizan este montaje; el estándar **ISO2685:1998** [10] ha sido la referencia para los trabajos de esta tesis.

1.2 Trabajos realizados

La consecución de los objetivos descritos se ha concretado en la realización de los siguientes trabajos:

1. *Obtención de mapas de temperatura de ambas caras simultáneas y corregistradas.*
La mayor dificultad consiste en la medida de la temperatura en la cara de la muestra impactada directamente por la llama, para lo que será necesario el filtrado de los efectos de la llama en la medida infrarroja, que se realiza en dos etapas:
 - a) *Etapa de filtrado espectral:* a partir de la firma espectral en el espectro infrarrojo que poseen los compuestos gaseosos producto de la combustión se puede realizar un filtrado parcial de la energía de la llama en un ensayo a fuego.
 - b) *Etapa de filtrado digital:* el análisis de la evolución de la temperatura con el tiempo ha permitido distinguir los procesos relacionados con el calentamiento de la muestra de las variaciones temporales de la llama, lo que ha sido la base de una segunda etapa de procesamiento que ha permitido reducir significativamente los efectos de la llama sobre la señal IR, aumentando la precisión en la medida de temperatura de la superficie calentada directamente por la llama.
2. *Puesta a punto de un montaje y una metodología basada en experimentos con calentamiento flash para:*
 - a) *La caracterización de las propiedades térmicas* (difusividad térmica, número de Biot, calor específico volumétrico y conductividad térmica) de la muestra en toda su superficie antes y después de los ensayos a fuego. Para ello se precisa la adaptación del método flash clásico [11], mediante el desarrollo de un modelo térmico de respuesta a impulso representativo de las condiciones de medida específicas en las muestras quemadas (altamente aislantes). Además, será necesario utilizar lámparas halógenas para excitar toda la superficie de la muestra analizada.
 - b) *La caracterización de los defectos internos* generados en la muestra tras el ensayo a fuego. Se utilizarán las mismas lámparas halógenas para aplicar un pulso de calor y obtener la imagen de fase de la respuesta a flash de la cara calentada. De este modo se obtiene una información con mayor sensibilidad a los defectos internos del material producidos por el fuego.
3. *Desarrollo de modelos de simulación de elementos finitos sustentados con los mapas de temperatura y las propiedades térmicas medidas experimentalmente.* Estos proporcionarán una interpretación más objetiva de los resultados experimentales, además de permitir el estudio local de las propiedades y la degradación en el

material tras el ensayo a fuego. Los modelos deben basarse en la información experimental obtenida, que en ocasiones se utilizará como entrada del modelo y otras ocasiones como objetivo para la comparación de resultados.

4. *Obtención de los parámetros térmicos (difusividad térmica y número de Biot) durante el ensayo.* A dicho efecto, se ha utilizado únicamente la información de los mapas de temperatura medidos en ambas caras de la muestra con las cámaras infrarrojas del sistema desarrollado. Se han utilizado modelos representativos del ensayo a fuego y de los resultados experimentales disponibles que han permitido la recuperación de las propiedades térmicas.

Relación con las líneas de trabajo del grupo de investigación LIR-UC3M

Los trabajos que constituyen esta tesis han sido desarrollados como contribución a las líneas de investigación propias del *Laboratorio de Sensores, Teledetección e Imagen Infrarroja de la Universidad Carlos III de Madrid (LIR-UC3M)*. El grupo LIR-UC3M desarrolla desde su fundación, de forma simultánea, las áreas de **termografía infrarroja** y **análisis espectral infrarrojo**. Ambos dominios evolucionaron, de forma que la termografía IR dispuso cada vez de más y mejor información espacial y espectral (dispositivos de imagen multispectrales e hiperespectrales). Los problemas afrontados también fueron más complejos, como la detección de gases, análisis de combustiones, etc. De esta evolución tecnológica y de conocimiento científico del grupo, y del compromiso para abordar los retos marcados por la sociedad y la industria, surgieron nuevas líneas de investigación como la calibración radiométrica, el diseño de sensores electro-ópticos para dar solución a problemas específicos no resueltos, el análisis no destructivo de materiales mediante termografía activa, la caracterización térmica de materiales y el desarrollo de simulaciones de problemas térmicos sustentadas en datos experimentales. En estas últimas líneas de investigación se inscriben los trabajos realizados durante esta tesis doctoral.

1.3 Estructura de esta tesis

Esta memoria está dividida en cinco partes fundamentales:

1. En la **Parte I**, correspondiente a los *capítulos 2 y 3*, se exponen respectivamente la introducción del estado del arte en la investigación del comportamiento frente a fuego de materiales compuestos fibra-polímero, y los fundamentos físicos de la termografía infrarroja y la transferencia de calor.

Tras ello, las siguientes partes organizan los grandes bloques metodológicos de la investigación realizada:

2. En la **Parte II** comenzaremos tratando, en el *capítulo 4*, el diseño razonado y el desarrollo de un nuevo sistema de imagen especialmente adaptado para la medida de temperatura de materiales sometidos a ensayos a fuego. El sistema, basado en dos cámaras infrarrojas, requiere del desarrollo de un procesado *ad hoc* de la información para eliminar la influencia de la emisión de la llama sobre la medida, descrito en el *capítulo 5*. Con esto se obtienen dos mapas de temperatura, uno por cada lado de la muestra, en función del tiempo, para todo el ensayo. En el *capítulo 6* se presentan los resultados de las medidas realizadas durante varios ensayos a fuego en diferentes materiales compuestos; sin embargo, nos centraremos en un análisis más exhaustivo de los resultados de un ensayo a fuego sobre una placa plana de resina epoxi reforzada con láminas de fibra de carbono. Este ensayo será utilizado como hilo conductor para la comparación entre los resultados de las diferentes partes de esta memoria. Temáticamente se puede englobar esta parte en el ámbito de la *termografía pasiva*.
3. La **Parte III** se dedica a la exposición de la metodología para la caracterización de las muestras antes y después de los ensayos a fuego mediante técnicas de *termografía activa*. En el *capítulo 7*, se muestra como el sistema de dos cámaras desarrollado se ha modificado, incluyendo una lámpara de flash, para obtener también las propiedades térmicas y los defectos internos de las muestras ensayadas a fuego, a temperatura ambiente. Esto ha requerido una adaptación del método flash [11] para aplicarlo a materiales compuestos CFRP sometidos a ensayos a fuego. De ese modo se obtienen con mayor precisión las propiedades térmicas (difusividad térmica, calor específico volumétrico y conductividad térmica) sin interferir en la configuración del ensayo a fuego, ni en la delicada composición y estructura de la muestra tras la quema. Los resultados de la caracterización térmica se presentan en el *capítulo 8*, donde además se muestra como la simulación con un modelo de elementos finitos alimentado con los datos experimentales de la quema analizada permite una mejor comprensión de los resultados obtenidos y una evaluación del estado de las capas internas del material. La *sección 8.3*, muestra un análisis de defectos del mismo material caracterizado y simulado anteriormente.
4. La **Parte IV** de esta memoria se dedica a explicar como a partir de los mapas completos de la evolución térmica de la temperatura en ambas caras durante un ensayo a fuego completo, que proporciona el sistema desarrollado, puede

determinarse, para cada punto de la muestra, la difusividad térmica y el número de Biot durante el ensayo. En el *capítulo 9* se presentará el razonamiento para tratar un *ensayo a fuego como un ensayo NDT-IR* (de las siglas en inglés de análisis no destructivo infrarrojo) a partir de un simple modelo térmico de un experimento con excitación escalón. Los resultados de las imágenes de difusividad térmica y el número de Biot obtenidos durante una quema, y la influencia de la temperatura en la medida se exponen en el *capítulo 10*.

5. Posteriormente en la **Parte V** se realiza una recopilación y un análisis crítico de los resultados obtenidos en el desarrollo de esta tesis, exponiéndose las principales contribuciones realizadas a cabo en los campos de la termografía IR y del análisis y caracterización de los materiales compuestos sometidos a ensayos a fuego.

Finalmente, se incluye el **Apéndice A: Procedimientos**, en el que describen detalladamente los procedimientos desarrollados para la ejecución de las tareas fundamentales de esta tesis doctoral.

Materiales compuestos fibra-polímero sometidos a fuego o alta temperatura

En este capítulo se discutirá el estado del arte en la investigación del comportamiento frente a fuego de *materiales compuestos de matriz polimérica reforzados con fibra* (*FRP*, de las siglas en inglés de *fibre reinforced polymer*).

Los materiales compuestos (o *composites*, un anglicismo muy extendido) se diferencian de los materiales tradicionales en que están constituidas por dos componentes diferentes, que cuando se combinan, se mantienen separados pero actúan conjuntamente para formar un nuevo material, cuyas propiedades no pueden ser deducidas por la simple suma de las propiedades de sus componentes. Son conocidos desde la antigüedad (como el adobe) y están presentes en la naturaleza (como los huesos o el nácar), pero en los últimos 60 años han experimentado un *boom* tanto en su número como en sus aplicaciones. Una combinación habitual para los materiales compuestos es la de fibras y un material matriz, normalmente un polímero (plástico). De hecho, una de las mayores ventajas de la combinación fibra-polímero es su naturaleza complementaria. Las finas fibras exhiben una resistencia relativamente alta a la tensión, pero son vulnerables a otros esfuerzos. En contraste, la mayoría de los polímeros son débiles frente a la tensión pero son muy robustos y maleables. Cuando se combinan la fibra y la resina contrarrestan mutuamente sus debilidades, produciendo un material mucho más útil que cada uno de sus componentes por separado.

Las propiedades estructurales de los materiales compuestos derivan principalmente

del refuerzo de fibra. Los composites comerciales para grandes mercados como el automovilístico, naval, de bienes de consumo o de piezas industriales resistentes a la corrosión, a menudo están fabricados con fibras discontinuas y aleatorias, o con fibras continuas pero no orientadas. Los materiales compuestos de altas prestaciones derivan sus propiedades estructurales de una orientación continua de fibras de refuerzo con alta resistencia en una matriz que favorece la procesabilidad, y que mejora las propiedades mecánicas y la resistencia química. Las fibras habitualmente utilizadas son de vidrio (*GFRP*, de las siglas en inglés de *glass fibre reinforced polymer*) o carbono (*CFRP*, de las siglas en inglés de *carbon fibre reinforced polymer*).

Los polímeros más utilizados para aplicaciones de altas prestaciones son las *resinas termoestables*, que consisten en un conglomerado de cadenas de polímero entrelazadas que funcionan como una macromolécula. La reacción de entrelazamiento o curado se lleva a cabo aplicando calor y presión durante el proceso y normalmente se realiza con la ayuda de un catalizador. La reacción de curado es irreversible, de forma que al aumentar la temperatura del material curado, el plástico resultante no funde, sino que se degrada. El curado normalmente se realiza en un autoclave en vacío, y a elevada presión y temperatura. Los polímeros termoestables más comunes en materiales compuestos son los epoxis, los fenol-formaldehídos, éster cianatos (CEs), bismaleimidas (BMIs), benzoxacinas y poliamidas.

El siguiente tipo de polímero más comúnmente utilizado, y con un creciente interés entre fabricantes y usuarios, es el *termoplástico*. Las cadenas lineales y de alto peso molecular de los termoplásticos no generan tanto entrecruzamiento como los termoestables, lo cual permite un endurecimiento del material en frío manteniendo su plasticidad; es decir, se refunden y pueden volver a moldearse sin generar degradación al ser recalentados por encima de su temperatura de procesado. Los termoplásticos pueden ser procesados *in situ* utilizando técnicas de consolidación sin necesidad de vacío ni autoclave, lo que permite, además la corrección de anomalías de fabricación o la reparación de daños producidos en servicio.¹ Los termoplásticos de altas prestaciones tienen un mayor intervalo de temperaturas de funcionamiento, no absorben agua y soportan atmósferas húmedas. Algunos de los más utilizados son poliéter éter cetona (PEEK), poliamida imida (PAI) o polisulfuro de fenileno (PPS), entre otros.

El rendimiento en condiciones de fuego o alta temperatura es uno de los condicionantes más significativos para la expansión en el uso de materiales compuestos en ingeniería. Al contrario que otros materiales como el acero, las aleaciones de aluminio, o el hormigón, los materiales compuestos fibra-polímero son reactivos a

¹Algunos de los termoplásticos son utilizados para producción de grandes volúmenes de productos comerciales, como el polietileno (PE), el tereftalato de polietileno (PET), el polipropileno (PP), el polibutileno (PB), el policloruro de vinilo (PVC), el policarbonato (PC), acrilonitrilo butadieno estireno (ABS).

alta temperatura debido a su matriz polimérica y (cuando están presentes) sus fibras orgánicas. Este hecho adquiere aún mayor importancia en aquellos sectores en los cuales la seguridad y la fiabilidad son cruciales (como en la industria del transporte, la energética o la ingeniería civil).

En esta sección se tomarán como base de la discusión dos trabajos de especial relevancia en la recopilación del conocimiento obtenido durante más de 30 años acerca de la resistencia al fuego de materiales compuestos: el libro publicado por Gibson y Mouritz [12] y la revisión de Mouritz *et al.* [5]. Otros trabajos enfocados en cuestiones más concretas y de significativa relevancia serán referenciados en el texto a lo largo de la sección.

2.1 Degradación de los materiales compuestos por efecto de la temperatura y el fuego

Cuando un material compuesto FRP es expuesto a un flujo de calor suficientemente alto (p. ej. el radiado por una llama), la matriz polimérica se descompondrá de forma irreversible en gases, carbonilla sólida y partículas de hollín; también sufrirán degradación las fibras orgánicas, aunque a mayor temperatura.

Los principales mecanismos de descomposición están relacionados con roturas aleatorias de las cadenas (pirólisis) que dan lugar a la reducción de peso molecular. La pirólisis ocurre por encima de $250\text{ }^{\circ}\text{C}$, en un intervalo variable en función de la estructura molecular del polímero. Otros procesos de térmicamente inducidos producen entrelazamiento (post-curado) y generan el efecto contrario de incremento del peso molecular. Normalmente los entrelazamientos se producen antes de la pirólisis, entre $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ [12]. La descomposición del material lleva a la formación de una gran cantidad de poros rellenos de los gases producto de la pirólisis, que aumentan la presión de forma local en el interior del material. Consecuentemente, aparecen tensiones en la dirección a través del espesor, que provocan la formación de delaminaciones, roturas, vacíos, etcétera; estos, a su vez, permiten el escape de los gases hacia el exterior reduciendo drásticamente la masa del material.

La reacción de estos compuestos procedentes de la degradación con el oxígeno a alta temperatura genera gases de combustión (fundamentalmente dióxido de carbono, agua y pequeñas cantidades de monóxido de carbono), así como partículas de humo. Además las reacciones de combustión producen la liberación de calor, que unida a la dispersión de los gases calientes de la degradación realimenta térmicamente la combustión. El proceso general es complejo y depende en gran medida del escenario de fuego, del tipo de material compuesto y de otras posibles fuentes de calor presentes.

Finalmente el último estadio de la degradación es la formación de carbonilla (*char*). La carbonilla se genera a partir del carbono del polímero original por encima de 600 °C. Consiste en un 85-98 % de carbono mezclado con otros componentes minoritarios y es altamente porosa [13]. La cantidad de carbonilla generada en un material depende de la naturaleza química de la matriz polimérica y las fibras orgánicas.

Aparte de los fenómenos ya comentados puede darse un proceso de ablación, que consiste en la eliminación de la superficie del material por la acción de altos flujos de calor y de corrientes de gases erosivas procedentes de llamas tipo jet. La ablación superficial ocurre, como norma, a temperaturas superiores a 1000 °C.

Un factor de gran importancia en la descomposición de los polímeros es la velocidad de calentamiento. El intervalo de temperaturas sobre el cual los polímeros se descomponen se desplaza hacia temperaturas mayores cuando aumenta el ritmo de calentamiento [8], [12].

Cuando las fibras de carbono se exponen directamente a fuego su superficie puede oxidarse, provocando erosión y volatilización de la fibra, y reduciendo sus prestaciones mecánicas. La temperatura umbral para la oxidación es $\approx 350^\circ\text{C}$ y la velocidad de oxidación aumenta por encima de esta temperatura. Sin embargo, la extensión de la oxidación suele ser pequeña debido a que las fibras están protegidas por la carbonilla producto de la degradación del polímero. Por lo tanto, sólo se observará oxidación en las fibras de carbono cuando haya una exposición directa a una llama con alto flujo de calor y exista un ambiente rico en oxígeno. Las fibras de vidrio presentan una excelente resistencia a fuego, aunque no son inmunes a su efecto. Normalmente tienen una fina capa de composición orgánica para mejorar la adhesión con la matriz polimérica. Esta capa se degradará en presencia de fuego en volátiles inflamables; sin embargo, su proporción en la masa total de la fibra es menor del 2 %, siendo poco relevante.

La Figura 2.1 resume todos los procesos de degradación descritos relacionados con la temperatura aproximada a la que ocurren.

2.1.1 Daño inducido por el fuego

Como ya se ha avanzado, a un nivel estructural, el daño producido por el fuego en los materiales compuestos incluye la descomposición de la matriz, formación de poros, delaminaciones, roturas de la matriz, despegado de la fibra y la matriz, y formación de carbonilla. Analizando los diferentes tipos de daño que se producen en la dirección a través del espesor de un panel de FRP degradado por fuego (nos referimos a un daño avanzado, como el que se podría dar tras un ensayo a fuego típico de una duración de 5 minutos o más), encontramos:

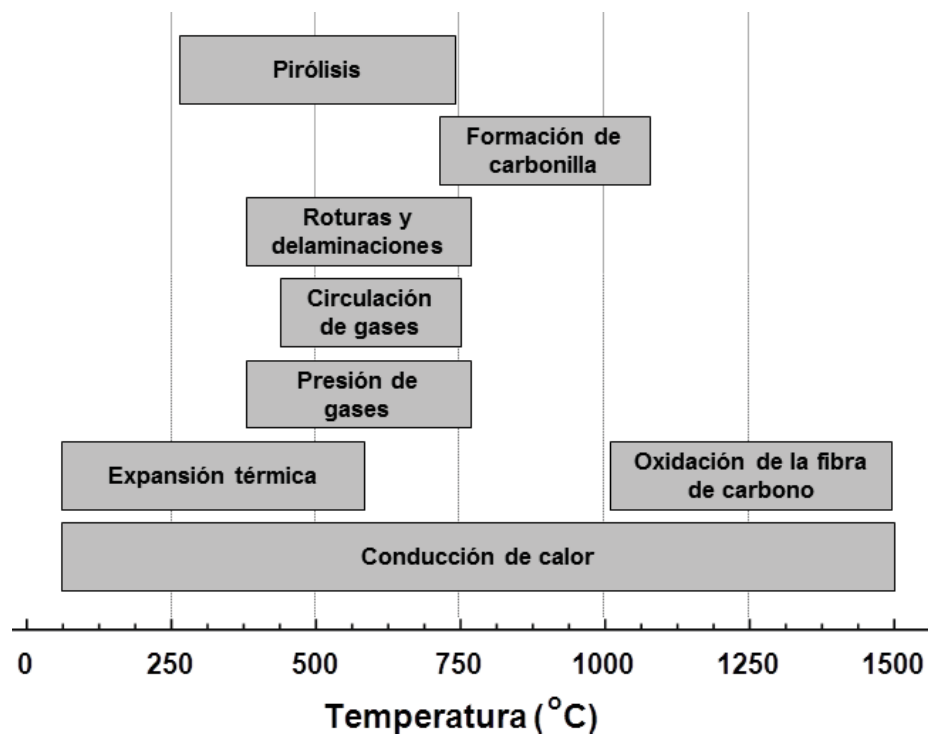


Figura 2.1: Resumen de los procesos de degradación en un material compuesto reforzado con fibra, relacionados con la temperatura. (Las temperaturas son aproximadas, y dependerán de la matriz polimérica, la fibra, el ritmo de calentamiento y las condiciones del fuego).

- En la superficie con mayor exposición a la llama la matriz polimérica se ha descompuesto completamente en carbonilla y volátiles. En ocasiones la carbonilla se volatizará a altas temperaturas por oxidación para producir un estado final en el que sólo queda la fibra. En cuanto a las fibras, las reactivas, como las de carbono, se oxidarán, mientras las fibras orgánicas, como las aramidas o las de polietileno de alta densidad, se descompondrán.
- Próxima a la superficie expuesta a llama hay una región estrecha denominada *zona de descomposición* (o pirólisis) donde la matriz polimérica comienza a descomponerse en carbonilla y gas. En esta región la matriz está parcialmente degradada formándose una alta densidad de roturas y poros.
- Tras la zona de pirólisis la temperatura es demasiado baja para causar descomposición de la matriz polimérica; sin embargo sí es causante de otro tipo de daños como delaminaciones entre capas, roturas de la matriz o roturas en la interfaz entre fibra y matriz. Los daños en esta región no se sólo se producen por efecto directo de la temperatura, sino también por efecto de la flexión de la estructura debido a la expansión térmica diferencial entre zonas. Otro causante de de daños en esta región es la presión producida por los gases de descomposición.

En el esquema de la Figura 2.2 se resumen los procesos más significativos que se producen durante la quema de un material compuesto.

2.2 Propiedades de respuesta a fuego de los materiales compuestos

A continuación se enumeran y describen brevemente las propiedades más significativas de la respuesta al fuego de los materiales compuestos:

- **Tiempo de combustión:** Define el instante en el que comienza a arder el material. Las resinas orgánicas usadas comúnmente en materiales compuestos pueden comenzar a arder en un corto periodo de tiempo cuando son expuestas a fuego. Tras la combustión, los compuestos a menudo generan grandes llamas de alta temperatura que contribuyen a la rápida propagación del fuego. El mayor interés en el estudio del tiempo combustión se ha centrado en los materiales compuestos usados en infraestructuras utilizadas en aplicaciones aeroespaciales y marítimas. Por esta razón los tiempos de combustión de laminados con matrices de poliéster, vinil ester, epoxi y fenólicas han sido determinadas para una gran variedad de condiciones de fuego; algunos trabajos representativos en esta línea son [14] [15] [16] [17] [18] [12].

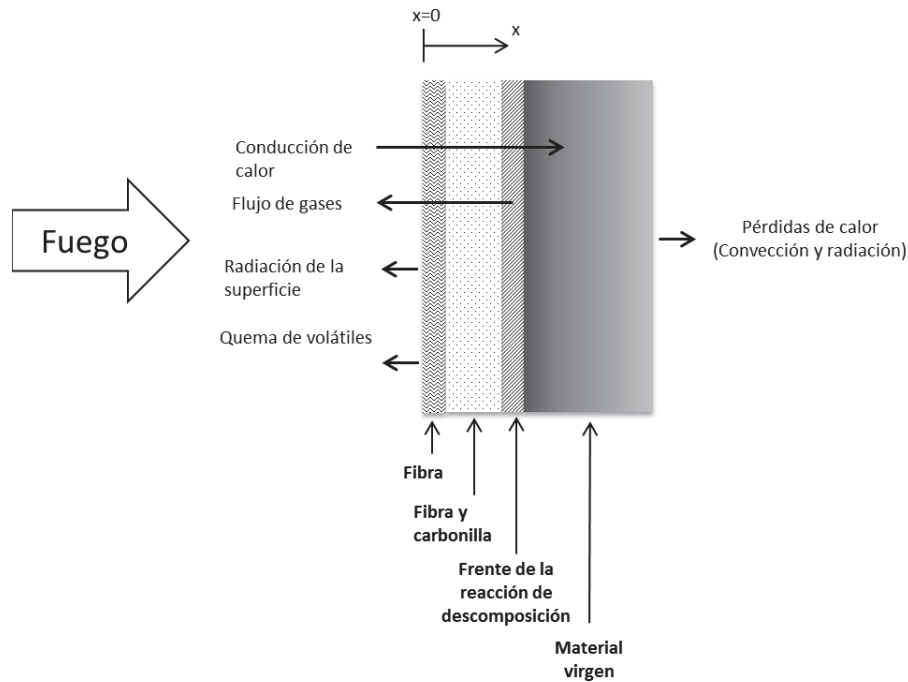


Figura 2.2: Esquema de los procesos de reacción y descomposición que suceden a través del espesor en los materiales compuestos sometidos a fuego.

- **Tasa de liberación de calor (HRR, heat release rate):** Se define como la energía por unidad de área producida durante un fuego. El pico de HRR se produce durante un corto periodo de tiempo y ocurre a menudo tras el inicio de la combustión, siendo un buen indicador de la máxima inflamabilidad de un material. Es una reacción a fuego de gran importancia porque proporciona energía térmica adicional que puede propagar e incrementar el fuego. Tiene una influencia dominante en el comportamiento a fuego de los materiales compuestos; y otras propiedades de respuesta a fuego como la propagación de la llama, la generación de humo y las emisiones de CO dependen del HRR [19]. Las propiedades de HRR en una gran variedad de materiales compuestos usados en estructuras de aplicación aeroespacial, marítima y construcción han sido determinados en diversos trabajos, recopilados en su mayoría en las revisiones [20] [19].
- **Índice de extinción de inflamabilidad (ESI):** Es una medida cuantitativa de la inflamabilidad de un material compuesto. Se determina mediante la representación del HRR medio frente al flujo de calor incidente; el ESI es la ordenada en el origen de esta representación. El signo negativo del ESI indica que la combustión en un material se auto-extinguirá rápidamente tras la eliminación del flujo de calor. Algunos materiales compuestos con ESI negativo son las

resinas termoestables fenólicas y poliamidas, o los polímeros termoplásticos como PEEK, PPS, PES. Por otra parte, el signo positivo en el ESI indica que la combustión continuará después de que la fuente de calor externa ha sido eliminada. Algunos ejemplos son los materiales con matriz de poliéster, epoxis y vinil ester.

- **Índice de estabilidad térmica (TSI):** Su valor sirve para evaluar si una combustión se podría auto-sostener en la ausencia de una fuente de calor externa. Al igual que el ESI, se obtiene de la representación del HRR medio frente al flujo de calor incidente, en este caso el TSI es la pendiente de la relación entre ambos parámetros. Un bajo TSI indica que un material se quemará rápidamente incluso con flujos de calor bajos. Un alto TSI indica que a mayor flujo de calor, mayor ratio de combustión. Los materiales compuestos en general tienen un TSI elevado en comparación con otros materiales inflamables.
- **Pérdida de masa:** Es una medida de la cantidad de material que se descompondrá por efecto del fuego. A través de los resultados de pérdida de masa medidos en función de la temperatura, se pueden obtener las temperaturas características de degradación del material en diferentes condiciones de flujo de calor, y se pueden calcular los parámetros de Arrhenius que describen la cinética de las reacciones de descomposición. Se utiliza como dato para los modelos clásicos de transmisión de calor en materiales compuestos sometidos a fuego (ver sección 3.12.1). La pérdida de masa de una vasta variedad de materiales compuestos ha sido determinado sobre diferentes condiciones de fuego en [15].
- **Humo y emisión de gases:** Una de las preocupaciones relacionadas con los materiales compuestos poliméricos es la generación de humo durante su combustión. El humo generado por los materiales compuestos mientras se queman es una mezcla de fragmentos de fibra y partículas de carbono. La exposición a corto plazo a humo liberado de materiales compuestos quemándose no se considera una amenaza seria a la salud. Sin embargo, el humo es extremadamente denso por lo que reduce la visibilidad, causa desorientación y dificulta la lucha contra el fuego. El principal componente tóxico presente en el humo de combustión de materiales compuestos es el monóxido de carbono. La cantidad de CO producido por un material compuesto al quemarse depende de sus componentes orgánicos, la temperatura del fuego y la disponibilidad de oxígeno, pero incluso niveles muy bajos de CO pueden causar incapacidad o muerte.

2.3 Técnicas de caracterización de los materiales compuestos sometidos a fuego

Existe una gran variedad de técnicas de análisis para caracterizar las reacciones de descomposición en los polímeros. Los métodos más utilizados son:

- **Análisis termogravimétrico (TGA o TG):** Se estudia la pérdida de masa en función del aumento de la temperatura o el tiempo. Se realiza con termobalanzas equipadas con sistemas de medida de peso digitales de alta precisión y sensores de medida de la temperatura de la muestra. Cuentan con sistemas de calentamiento controlado de la muestra, y suelen estar equipados con un compartimento estanco para generar vacío o atmósferas controladas.
- **Calorimetría diferencia de barrido (DSC, del inglés *Differential Scanning Calorimetry*):** Se mide el calor absorbido o desprendido debido a los cambios químicos del polímero. Un instrumento de medida DSC consiste en un horno y un sensor integrado con posiciones designadas para la muestra y una referencia. Varios termopares monitorizan la diferencia de temperatura entre la muestra y la referencia, y también la temperatura absoluta de la muestra y la referencia independientemente. Al calentar de forma controlada, cuando la muestra sufra una reacción de cambio de fase cambiara su pendiente de calentamiento mientras la reacción está teniendo lugar. La diferencia de incremento de temperatura entre la referencia y la muestra permite obtener información térmica del material. Resultados típicos obtenidos con DSC son las temperaturas características de cambio de fase del material y el calor específico entre otros.
- **Espectrometría de gases:** Se determina la composición química y la cantidad de los gases liberados durante la descomposición del polímero. Los gases con molécula polar (e.g., CO , CO_2 , SO_2 , NO , etc.) presentan absorción en el infrarrojo con una “firma” espectral característica. Para el análisis de los gases se utiliza espectrometría infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) para obtener su espectro de absorción y emisión, recogiendo información a lo largo de un amplio intervalo espectral (un rango típico puede ser de $1\ \mu m$ a $20\ \mu m$) con gran resolución ($< 1\ cm^{-1}$). La información medida por el instrumento es la intensidad de las interferencias entre dos haces de luz que recorren diferente camino óptico (desfase, definido por el recorrido controlado de un espejo). El gráfico resultante de intensidad frente a desfase se denomina interferograma. La transformada de Fourier se utiliza como método matemático para obtener del

interferograma la información espectral completa de la radiación medida por cada longitud de onda.

Estas son técnicas de laboratorio en las que normalmente han de utilizarse muestras convenientemente dimensionadas. Esto supone un inconveniente ya que no pueden aplicarse en condiciones de ensayos a fuego. Además, es necesaria la combinación de varios métodos para obtener un entendimiento en profundidad de los mecanismos de descomposición. En contraste con lo anterior, el desarrollo de métodos de caracterización de estructuras reales durante los propios ensayos a fuego utilizando una única técnica es una de las motivaciones principales de este trabajo.

2.4 Ensayos a fuego para materiales compuestos

La resistencia al fuego es un término general que describe la capacidad que tiene una estructura de mantener la funcionalidad durante un fuego y de prevenir la propagación del mismo, y está determinada por propiedades como el aislamiento térmico o la inflamabilidad. La resistencia al fuego también describe los cambios en la integridad estructural del material durante el fuego, su conservación de rigidez, fuerza y otras propiedades mecánicas.

Hoy en día el número de diferentes ensayos a fuego existentes para caracterizar la resistencia a fuego es inmensa. Las técnicas utilizadas van desde pequeños aparatos de laboratorio con probetas de unos pocos gramos, hasta el ensayo de grandes estructuras a escala real.

Los ensayos a fuego más populares son aquellos basados en conos calorimétricos, dado que permiten un gran control de las condiciones experimentales. En este tipo de ensayos se puede obtener el ritmo de liberación de calor (HRR, ver sección 2.2), así como el tiempo de ignición, el calor de la combustión, la densidad del humo, la liberación de partículas, o los gases producto de la combustión. Utilizan un calentador radiante de temperatura controlada con forma de cono (de ahí su nombre), y normalmente, la combustión se inicia mediante una chispa que incendia los gases de pirólisis cuando se alcanza una irradiancia predefinida. Los gases procedentes de la combustión se recogen para su análisis mediante chimeneas de evacuación. El método de medida del HRR más común es la calorimetría de agotamiento de oxígeno, basada en que el calor liberado en un proceso de combustión es proporcional a la cantidad de oxígeno consumido. Un importante parámetro que no se puede obtener con este tipo de ensayos es el ritmo de propagación del fuego. Además, los ensayos que usan cono calorimétrico no tienen en cuenta los procesos de intercambio de calor entre la llama y la estructura, y tampoco se reproducen los procesos de degradación en superficie

por efecto de convección turbulenta de la llama.

Existen un gran número de estándares para ensayos a fuego basados en conos calorimétricos que abarcan ensayos de todo tipo de productos comerciales, materiales de construcción, mobiliario, estructuras industriales, etc. algunos ejemplos son: *ASTM D6113*, *ASTM F1550*, *ASTM E906*, *ASTM E1623*, *NFPA 264*, *CAN ULC 135*, *ISO 5660*, *BS 476 Part 15*, *AS/NZS 3837:1998* *IMO MSC 61(67)*.

Para resolver algunos de los problemas asociados a los ensayos de laboratorio con conos calorimétricos, como atmósferas poco representativas (contenido en oxígeno alto), o ausencia de información relativa a la propagación del fuego, se realizan a veces ensayos a gran escala, quemando estructuras completas dentro de instalaciones adaptadas a tal efecto. Sin embargo, la mayoría de los ensayos a fuego se realizan a la escala de laboratorio debido a su menor coste y mayor simplicidad.

Otros métodos utilizan una llama generada por un quemador (de gasóleo o gas) para examinar la capacidad de la estructura para resistir y contener el fuego. Las llamas utilizadas están calibradas para asegurar unas condiciones prefijadas de potencia de calor radiado y temperatura. Estos ensayos sí tienen en cuenta la interacción entre la llama y la superficie, como el efecto erosivo de las turbulencias de la llama, la reacción de la llama con los gases generados en la degradación del compuesto, o la ignición. Algunos ejemplos específicos son los estándares *AC 20.135*, *IMO A.754(18)*, *UL 1709*, *ISO2685:1998* y *FAR25.856(b):2003*.

En lo referente a ensayos a fuego específicos para materiales compuestos de matriz polimérica, las industrias aeronáutica y naval son las que tienen los criterios de certificación frente a fuego más exigentes [21] [22] [23] [24], debido principalmente a los criterios de seguridad necesarios en el sector del transporte civil, unido a que las grandes ventajas de estos materiales están generando interés para su instalación en zonas con alto riesgo de fuego (“*fire zones*”) como por ejemplo la cubierta de los motores, u otras zonas sometidas a temperaturas muy elevadas como son las tuberías de escape de gases, la estructura de los frenos de un avión, etc.

Fundamentos físicos

3.1 Termografía infrarroja

La imagen infrarroja o termografía, es una técnica que mediante el uso de cámaras infrarrojas capta la radiación incidente en una cierta banda del espectro electromagnético infrarrojo, convirtiéndola, tras un proceso de acondicionamiento de la señal, en una imagen visible en nivel de gris o falso color. Es un campo que ha sido testigo de una gran evolución desde los primeros trabajos a principios del siglo XIX de Sir William Herschel estudiando la radiación del sol y los trabajos de Max Planck describiendo las leyes de la radiación térmica a principios del siglo XX. Para que la imagen infrarroja pudiera mostrar toda su potencialidad hubo que esperar a dos descubrimientos: los primeros detectores fotoconductivos que permitieron captar la energía IR de un modo rápido y preciso, proporcionando una señal eléctrica fácilmente tratable, y el desarrollo de la tecnología electrónica que permitió convertir esa señal en una imagen. En las dos últimas décadas se ha producido una gran evolución científica, tecnológica y de aplicación industrial debido al enorme progreso en la tecnología de microistemas para detectores IR, electrónica y ciencia de computación. Además, la reciente desclasificación de secretos tecnológicos militares ha propiciado la apertura de un mercado muy rentable en el que han aparecido diferentes empresas en competencia (algunos ejemplos: [25], [26] [27], [28], [29], [30] o [31]), lo que unido a los mencionados avances tecnológicos, está dirigiendo el modelo de negocio a la oferta de sistemas de coste cada vez menor, abriendo nuevos campos de aplicación y un uso masivo de

soluciones basadas en termografía.

Según diferentes fuentes, la imagen térmica infrarroja será el sector con mayor crecimiento dentro del mercado global de medida de temperatura. Se predice que el mercado de la imagen térmica infrarroja continúe creciendo a un ritmo anual de alrededor del 10 %. El informe de la empresa Yole Developpement [32], establece que las ventas de cámaras infrarrojas crecerán desde 320.000 unidades en 2011 a 1.1 millones de unidades en 2017. Por su parte, Markets & Markets, una empresa consultora de investigación de mercado, apunta que el mercado de imagen térmica se estima en un valor de 3.350 millones de dólares en 2013 y se espera que alcance los 5.219 millones de dólares en 2019 con una tasa de crecimiento anual del 9.27 % [33].

La termografía infrarroja es hoy en día una tecnología bien establecida con multitud de aplicaciones:

- *Militares*: visión nocturna, detección y seguimiento de blancos, vigilancia y control aeroportuario y de fronteras en condiciones de baja visibilidad, etc. [34].
- *Medioambientales*: detección de incendios forestales [35], estudio y evaluación de la vegetación, detección de vertidos industriales, fugas de gases tóxicos, etc. [36] [37].
- *Industriales*: inspección de líneas y estaciones eléctricas [38], mantenimiento en plantas industriales, eficiencia energética, control de aislamientos térmicos, fugas de gases, control en línea de procesos [37] y todo el floreciente campo de la evaluación no destructiva (NonDestructive Testing, NDT) [39]: visualización de defectos en materiales, evaluación de componentes en el sector de automoción, control de calidad en el sector de la electrónica, etc.
- *Médicas*: instrumentación de apoyo para el diagnóstico de cáncer, medida de la temperatura de la piel, estudio de zonas inflamadas, de lesiones en articulaciones y huesos, circulación de la sangre, etc. [40].

Para muchas de estas aplicaciones es suficiente la *termografía cualitativa*, que únicamente muestra la radiación detectada como una imagen en la que aparecen los contrastes térmicos. Los sistemas IR que ofrecen este tipo de información se denominan sistemas de termovisión o sistemas de imagen IR. La *termografía cuantitativa*, por el contrario, cuantifica la radiación que incide sobre el sistema de imagen IR y, mediante un calibrado que tiene en cuenta las leyes de la radiación, la respuesta del equipo y las condiciones de medida, muestra una imagen con la distribución de radiancias [$W/m^2 \cdot sr$] o temperaturas de la escena. Las cámaras IR capaces de realizar este tipo de termografía se denominan *radiométricas*.

La termografía infrarroja presenta unas importantes ventajas frente a otros sistemas de medida de temperaturas, como termopares, termómetros, termistores, etc. Podemos señalar tres ventajas principales:

- Es una técnica de teledetección, es decir, proporciona una medida a distancia: no hay que entrar en contacto con el sistema para medir su temperatura. Esto implica, a su vez, que no perturba al objeto de la medida, y es apta para medidas en entornos hostiles y para objetos frágiles, pequeños e incluso en movimiento.
- La medida es simultánea en todos los puntos de la escena, en lugar de secuencial. Esto confiere mayor eficiencia y versatilidad.
- Tiempo de respuesta rápido: a diferencia de otros métodos, no hay que esperar un tiempo para la estabilización térmica del sensor.

Además, desde el punto de vista cuantitativo, las medidas termográficas son válidas en un amplio intervalo de valores, y no están sujetas a algunos errores habituales en los métodos de contacto (cuyos valores están influidos por la temperatura de los alrededores).

3.2 Fundamentos físicos de la termografía infrarroja

Los trabajos de Hertz en 1886 demostraron la existencia de ondas electromagnéticas, que habían sido predichas a partir de las ecuaciones de Maxwell en 1873. Esta radiación electromagnética puede tener longitudes de onda muy diversas, lo que implica que sus propiedades físicas varíen y se hable de “tipos de radiación” a pesar de tratarse esencialmente del mismo fenómeno.

3.2.1 El espectro electromagnético

En el espectro electromagnético se distinguen diferentes regiones atendiendo a las diversas longitudes de onda, como se refleja en la figura 3.1. Los límites de cada una de las regiones no son absolutos y sus denominaciones se deben a causas muy dispares ligadas al mecanismo que produce ese tipo de radiación, a su posición respecto de la zona del espectro conocido hasta el momento, a su utilización, etc.

La región del espectro correspondiente a la radiación IR, se puede subdividir en varias regiones. Esta subdivisión varía en función de los diferentes autores. Una subdivisión común es aquella que se basa en las bandas de transmitancia espectral atmosférica. Según [41], hablamos de infrarrojo cercano (NIR) entre 0.75 y 3 μm ;

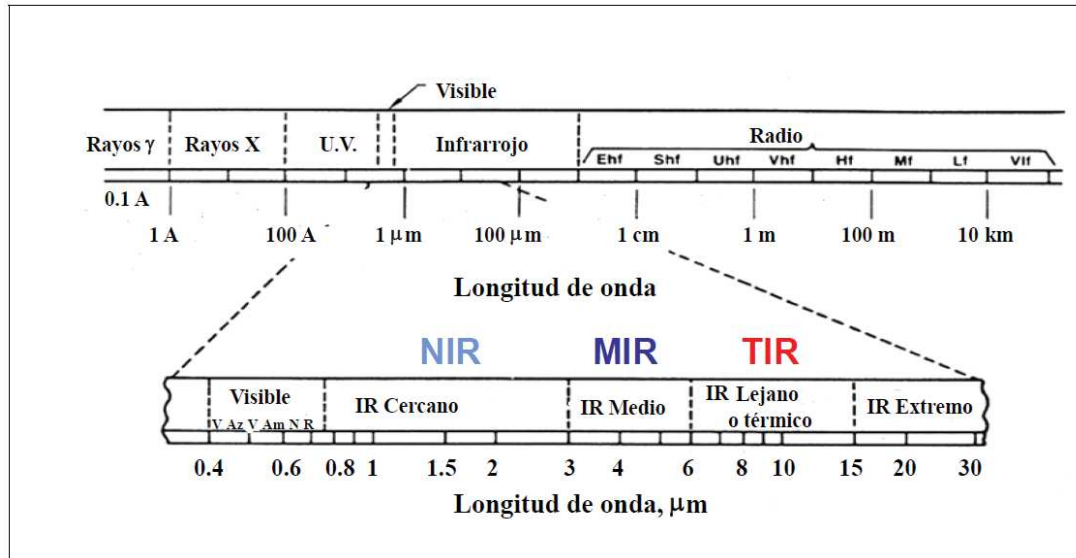


Figura 3.1: El espectro electromagnético.

infrarrojo medio (MIR) entre 3 y 6 μm ; infrarrojo lejano (LIR) entre 6 y 15 μm e infrarrojo extremo (XIR) entre 15 y 1000 μm (las siglas corresponden a su denominación en inglés). La nomenclatura y los límites varían si se tienen en cuenta las ventanas de transmisión atmosférica (sección 3.3.2), denominándose infrarrojo medio, MIR, a la zona comprendida entre 3 y 5 μm e infrarrojo térmico, TIR, a la comprendida entre 8 y 12 μm (o incluso entre 8 y 14 μm). Estas son precisamente las dos bandas espectrales donde se va a desarrollar todo el trabajo que aquí se presenta.

Radiometría y radiación térmica

En cualquier medida experimental con una cámara IR, la radiación emitida por el objeto es enfocada por la lente sobre el detector y medida cuantitativamente. Ya que la termografía se aplica mayoritariamente sobre objetos sólidos, los cuáles son opacos a la radiación IR, la emisión se refiere a las superficies de los objetos (la excepción más importante son los gases, que serán tratados separadamente en el apartado 3.3.2).

3.2.2 Magnitudes radiométricas

Considerando un elemento dA de la superficie radiante de un objeto, el flujo total $d\Phi$, desde dA a una hemiesfera es llamado *flujo radiante* (sus unidades son W).

El flujo radiante sólo puede ser medido por un detector que recoja la radiación en toda la hemiesfera; éste no suele ser el caso, y la potencia que incide sobre el detector depende de su área. La *irradiancia* (E , $[\text{W}/\text{m}^2]$) es la potencia incidente por unidad de área.

La *exitancia* (M , $[W/m^2]$) se refiere a la potencia emitida por unidad de área.

Para los cálculos radiométricos suele recurrirse a una magnitud menos intuitiva pero de gran utilidad: la *radiancia*.

Radiancia

Dado un diferencial de superficie dA , consideramos un diferencial de ángulo sólido $d\omega$ con vértice en dA y que forma un ángulo θ con la normal a dA . La potencia total de los rayos que salen de dA dentro de $d\omega$ se denota como $d^2\Phi$. La radiancia se define como:

$$L = \frac{d^2\Phi}{dA \cdot d\omega \cdot \cos \theta} \quad (3.1)$$

Es decir, es el flujo por unidad de área y ángulo sólido proyectado ($d\omega \cdot \cos \theta$), o equivalentemente, por unidad de ángulo sólido y área proyectada ($dA \cdot \cos \theta$). Intuitivamente, considerando que la radiación óptica entre el emisor y el detector está definida por “rayos”, y por cada punto pasará un rayo en cada dirección, la radiancia es una medida de esa “intensidad de rayo”.

Esta definición es válida para superficies emisoras, pero también para un punto sobre el detector o para un punto cualquiera entre emisor y receptor; siendo indiferente considerar un punto saliente o entrante. Hay un teorema geométrico que garantiza la invariancia de la radiancia [42]; es decir, que el valor de la radiancia se conserva a lo largo de todo el recorrido del rayo. De aquí el interés de recurrir a la radiancia para cálculos radiométricos.

3.2.3 Leyes fundamentales de la radiación

Ley de Planck

La ley de Planck describe la emisión espectral de la radiación de un emisor perfecto (cuerpo negro) que está a una temperatura absoluta T (ver Figura 3.2). Su exitancia espectral (potencia emitida por unidad de área e intervalo espectral) viene dada por la siguiente expresión:

$$M^{CN}(\lambda) = \frac{2\pi hc^2}{\lambda^5} \frac{1}{\exp(\frac{hc}{\lambda kT}) - 1} \quad (3.2)$$

Donde:

- $M^{CN}(\lambda)$ = excitancia espectral (habitualmente en W/m^2)
- λ = longitud de onda (μm)

- $h = \text{constante de Planck} = (6,6256 \pm 0,0005) \cdot 10^{-34} (J \cdot s)$
- $T = \text{temperatura absoluta (K)}$
- $c = \text{velocidad de la luz} = (2,997925 \pm 0,000003) \cdot 10^{10} (cm/s)$
- $\kappa = \text{constante de Boltzmann} = (1,38054 \pm 0,00018) \cdot 10^{-23} (J/K)$

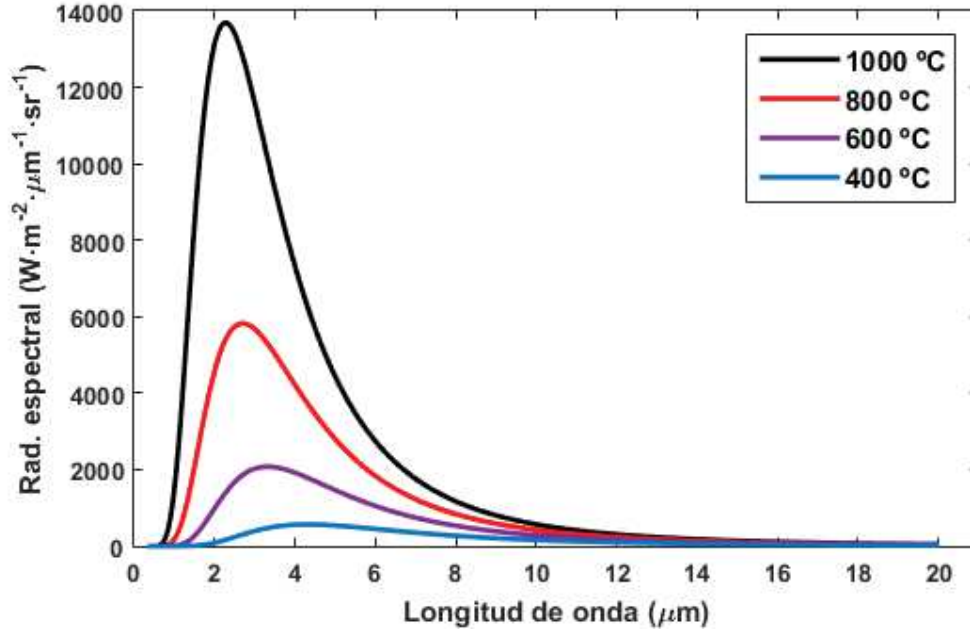


Figura 3.2: Radiancia de cuerpos negros a temperaturas entre $1000^{\circ}C$ y $400^{\circ}C$ según describe la Ley de Planck.

Ley de desplazamiento de Wien

Las curvas de distribución espectral de la radiación del cuerpo negro, como se aprecia en la figura 3.3, alcanzan un máximo de emisión para cada temperatura a una longitud de onda determinada. El desplazamiento de este máximo lo describe la ley de Wien, que se puede obtener por derivación de la ley de Planck, resolviendo para el máximo:

$$\lambda_{max} = \frac{cte}{T} \quad (3.3)$$

Siendo:

- λ_{max} = longitud de onda donde se produce el máximo de emisión espectral
- T = temperatura del cuerpo negro
- $cte = 2897,8 \pm 0,04 \mu m K$, si expresamos λ_{max} en μm y la temperatura en K

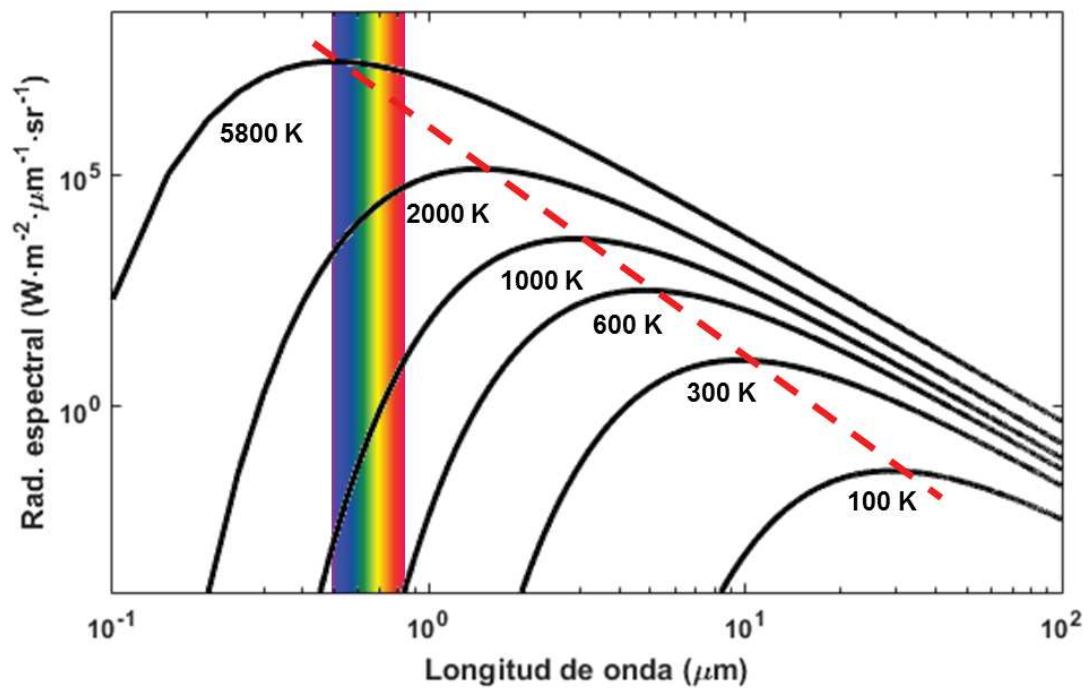


Figura 3.3: Ley de Planck representada en ejes logarítmicos, para la radiación de cuerpos negros a diferentes temperaturas entre 5800K (aproximadamente la temperatura superficial del Sol) y 100K . Marcada con su correspondencia aproximada por colores la región del espectro visible. La línea punteada representa la posición del máximo según la ley de Wien.

Ley de Stefan-Boltzmann

La ley de Stefan-Boltzmann relaciona la exitancia total de un cuerpo negro con su temperatura. Se obtiene por integración de la ley de Planck a todas las longitudes de onda, es decir desde cero a infinito:

$$M^{CN} = \int_0^\infty M^{CN}(\lambda) d\lambda = \frac{2\pi^5 \kappa^4}{15c^2 h^3} T^4 \equiv \sigma T^4 \quad (3.4)$$

Donde:

- M^{CN} = exitancia total emitida por un cuerpo negro
- σ = constante de Stefan-Boltzmann = $(5,6697 \pm 0,0029) \cdot 10^{-12} W/cm^2 \cdot K^4$

La ley de Stefan-Boltzmann representa el área bajo las curvas de la Figura 3.2, estableciendo que la exitancia total emitida es proporcional a la cuarta potencia de la temperatura absoluta. Esto nos indica que pequeñas variaciones de la temperatura pueden provocar grandes cambios en la exitancia emitida.

3.2.4 Emisividad

Los cuerpos negros son idealizaciones, y ningún objeto real puede emitir de forma perfecta la máxima radiación definida por la Ley de Planck a una temperatura. La emisividad (ε) es el parámetro que define la eficiencia radiante de un objeto. Se define como la relación entre la cantidad de energía emitida por un objeto a una temperatura, comparada con la emitida por un cuerpo negro a la misma temperatura ($0 \leq \varepsilon \leq 1$) y es en general función de la longitud de onda. Es decir, la exitancia espectral emitida por un cuerpo genérico viene dada por:

$$M(T, \lambda) = M^{CN}(T, \lambda) \cdot \varepsilon(\lambda) \quad (3.5)$$

La emisividad se presenta como el nexo de unión entre la teoría de emisión de un cuerpo negro y la emisión real de un objeto, por ello es una propiedad esencial para calibrar e interpretar una imagen infrarroja. La medida de emisividad en el contexto de este trabajo, su incertidumbre y el impacto de ésta en la medida de temperatura se desarrollan en la sección 5.10.

3.2.5 Absortancia, reflectancia y transmitancia. Ley de Kirchhoff

La Ley de Kirchhoff establece que la fracción de radiación absorbida por un objeto (absortancia, α) es igual a:

$$\varepsilon(\lambda) = \alpha(\lambda) \quad (3.6)$$

Esta ley es una consecuencia de la conservación de la energía aplicada en condiciones de equilibrio térmico local. La conservación de la energía requiere también que cualquier radiación incidente (ϕ_0) en un objeto sea reflejada (ϕ_ρ), transmitida (ϕ_τ) o absorbida (ϕ_α):

$$\phi_0 = \phi_\rho + \phi_\tau + \phi_\alpha \quad (3.7)$$

(Hemos eliminado, por brevedad, la dependencia de λ). Dividiendo ambos miembros por ϕ_0 , es decir considerando fracciones de radiación, esta ley se convierte en:

$$1 = \rho + \tau + \alpha \quad (3.8)$$

Donde ρ y τ son las fracciones de la radiación reflejada (reflectancia) y transmitida (transmitancia). La ecuación anterior para el caso de un sólido opaco ($\tau = 0$) se convierte, teniendo en cuenta la ley de Kirchhoff, en:

$$\varepsilon = 1 - \rho \quad (3.9)$$

Esta ecuación indica que existe una relación directa entre la reflectancia y la emisividad de una superficie. Es importante apuntar que ρ no sólo incluye reflexión directa (especular), asociada a superficies pulidas, sino también reflexión difusa que adicionalmente se da en superficies rugosas.

3.2.6 Parámetros que afectan a la emisividad

La ecuación 3.5 hace evidente que la medida precisa de temperatura con termografía requiere del conocimiento de la emisividad. No obstante, la obtención del valor de la emisividad de una superficie no es tarea sencilla, debido a la dependencia de la emisividad con otros parámetros intrínsecos al objeto medido o asociados a la medida. Los parámetros que tienen influencia en la emisividad son:

- *Longitud de onda:* A una superficie con un valor de $\varepsilon < 1$ y constante con la longitud de onda se le denomina *cuerpo gris*, mientras que se denomina *emisor selectivo* a una superficie con emisividad variable con la longitud de onda. En la práctica la mayoría de sólidos opacos pueden ser aproximados a un cuerpo gris. No obstante, existen compuestos con una marcada selección espectral; el caso más importante es de los gases, aunque también algunos sólidos como por ejemplo las láminas de plástico o ciertos vidrios.

- *Material:* El tipo de material será el factor fundamental en el valor de la emisividad. Una clasificación simplificada sería separar metales y no metales. La mayoría de materiales no metálicos usualmente utilizados en medidas termográficas como la piel, el papel, pinturas, piedras, vidrios, etc. son emisores grises en el IR y tienen una emisividad relativamente alta por encima de 0.8. Por otro lado, los metales, y en mayor medida cuando están pulidos, presentan una emisividad con valores por debajo de 0.2. Un alto valor de emisividad facilita la medida y reduce incertidumbre ya que aumenta la cantidad de señal en el detector y los efectos ambientales son menos influyentes al reducirse la energía reflejada en la superficie (ver relación entre reflexión y emisión en sólidos, ecuación 3.9).
- *Estado superficial:* Para un material dado, la emisividad puede variar debido al estado superficial. Este efecto es más pronunciado en metales. Las superficies pulidas serán tendrán menor emisividad, y las rugosas la aumentan.
- *Ángulo de visión:* La emisividad de algunas superficies reales presenta variación en función del ángulo de observación, que da a las superficies curvas una emisividad aparente localmente variable. Por lo tanto, se debe diferenciar entre la emisividad en una dirección, en un ángulo sólido, o en una semiesfera. En la práctica la mayoría de superficies no presentan una dependencia direccional hasta ángulos que excedan 55° respecto a la normal [43].
- *Geometría:* Generalmente la geometría está relacionada con cambios en la emisividad angular. No obstante existen casos donde geometrías como las cavidades o las ranuras que pueden generar fuertes aumentos en la emisividad debido a las reflexiones generadas entre sus superficies [37] [44].
- *Temperatura:* La mayoría de las propiedades de los materiales cambian con la temperatura; lo mismo ocurre con la emisividad.

Existen tablas de emisividad de los materiales más comunes en termografía (por ejemplo [45], [46], [41], [47]). Sin embargo, estos valores deben ser tomados con precaución ya que estos valores se proporcionan para un rango de temperaturas, una longitud de onda y normalmente para una medida hemiesférica.

3.3 La medida en termografía infrarroja

La termografía infrarroja se puede enmarcar en el campo de la *teledetección* (*remote sensing*), donde el objetivo es extraer información sobre un objeto a partir de la radiación electromagnética que emite, absorbe o dispersa y que es captada por

un sensor. Los sensores pueden tener resolución espectral (distinguir entre diferentes longitudes de onda de la radiación), resolución espacial (y por tanto, proporcionar una imagen) o ambas cosas.

En la termografía infrarroja, se pretende determinar la temperatura de un objeto, a distancia y sin contacto físico, a partir de la radiación infrarroja que emite y que es captada por una cámara infrarroja con una banda espectral de trabajo específica (por lo tanto que tiene resolución espacial, pero no espectral).

En la medida de termografía infrarroja hay tres elementos básicos: la *fente* de radiación objetivo de la medida, el *medio* por el que se propagará la radiación y el sistema sensor que en este caso es una cámara infrarroja. Dentro del sistema sensor hay que distinguir tres subsistemas: la *óptica*, el *detector*, y la *electrónica de lectura y acondicionamiento de la señal*.

La salida del sistema sensor será una señal eléctrica, generalmente digital, que está relacionada con la radiación emitida por la fuente. En el capítulo 5 se mostrará el procedimiento para obtener magnitudes físicas cuantitativas (temperatura o radiancia) a partir de la señal de una cámara IR; por el momento, se empezará describiendo los distintos elementos del sistema.

3.3.1 La fuente de radiación

La termografía puede dividirse en dos tipos en función del uso que se haga de las fuentes de radiación.

La *termografía activa* consiste en utilizar una fuente de radiación artificial para “iluminar” la escena objeto de estudio, en cuyo caso la radiación detectada sería la reflejada, transmitida o reemitida por dicha escena. El ejemplo más típico de este tipo de teledetección es el radar, donde la radiación detectada es la reflejada; en el caso del infrarrojo (termografía activa), las fuentes utilizadas suelen ser fuentes de calor y la radiación detectada puede ser la reflejada, transmitida o reemitida, dependiendo de la configuración de la medida.

La *termografía pasiva* sólo utiliza las fuentes naturales (el Sol en visible, por ejemplo). En el infrarrojo, sin embargo, no son necesarias ni siquiera fuentes naturales, ya que la fuente puede ser el propio cuerpo a detectar.

En el caso general podrá haber fuentes de todo tipo, naturales o artificiales. Además, la radiación que recibe la lente de la cámara infrarroja no sólo proviene del elemento objeto de la medida, sino que también hay una radiación añadida procedente de otros elementos de la escena que se reflejan en la superficie medida.

Cuerpos negros de calibración

Comercialmente se denomina *cuerpo negro* a una fuente de radiación de temperaturas regulables que emite en todo el espectro, con una emisividad muy alta caracterizada con precisión. Se utiliza para proporcionar un patrón para la calibración, caracterización o prueba de los sistemas de imagen IR.

Los cuerpos negros son instrumentos muy sofisticados que a menudo proporcionan una estabilidad y precisión térmicas con incertidumbres menores de $0,01^\circ$. Los cuerpos negros más precisos están formados por una *cavidad* aislada que utiliza múltiples reflexiones en el interior de la cavidad para obtener emisividad muy cercana a uno. Existen otros cuerpos negros denominados *extensos* o de área extensa que tienen una superficie que ha sido tratada con materiales de alta emisividad [48], y que poseen sistemas de calentadores y de control de temperatura para maximizar la estabilidad y homogeneidad en la temperatura absoluta de toda la superficie.

3.3.2 El medio

Entre el objeto medido y la cámara está el medio, con el que la radiación infrarroja interacciona en función de sus características. Este medio está formado comúnmente por la atmósfera, cuyos gases y partículas en suspensión interaccionan con la radiación absorbiéndola y dispersándola, y por lo tanto atenuándola. La intensidad de esta atenuación depende íntimamente de la frecuencia de la radiación. Además de los gases que componen la atmósfera pueden encontrarse otros elementos en el medio que afecten a la radiación, como pueden ser gases procedentes de reacciones químicas, llamas, escapes de gas, contaminación, etc.

Absorción y emisión de los gases en el infrarrojo

No todos los gases interaccionan con la radiación infrarroja, sólo lo harán aquellos que presenten bandas de absorción en el infrarrojo. La radiación infrarroja es absorbida por los gases debido a la excitación de sus bandas rotacionales-vibracionales [49], que están relacionadas con los enlaces entre las moléculas y que para cada gas tienen una estructura característica (firma espectral). Los gases que presentan firma espectral en el infrarrojo son aquellos con molécula polar, como el dióxido de carbono (CO_2), el vapor de agua (H_2O), el hidrocarburos (C_xH_x), los óxidos de nitrógeno (NO_x), o los óxidos de azufre (SO_x), entre otros. Los gases con moléculas entre cuyos átomos no aparece momento dipolar no tienen firma espectral en el infrarrojo; como ejemplos significativos está el del nitrógeno (N_2) que constituye del orden del 80 % del aire atmosférico, el oxígeno (O_2), y todos los gases nobles.

Transmitancia atmosférica

Para una medida de termografía se utilizan las llamadas ventanas atmosféricas (ver Figura 3.4), que se forman debido a la intensa atenuación en amplias regiones espectrales por acción de los gases con molécula polar más comunes en la atmósfera (principalmente CO_2 y H_2O). Las ventanas atmosféricas infrarrojas abarcan el infrarrojo cercano (NIR) entre $0,7\ \mu m$ y $1\ \mu m$, el infrarrojo de onda corta (SWIR) entre $1\ \mu m$ y $3\ \mu m$, el infrarrojo medio (MWIR) entre $3\ \mu m$ y $5\ \mu m$, y el infrarrojo lejano o térmico (LWIR) entre $7,5\ \mu m$ y $14\ \mu m$.

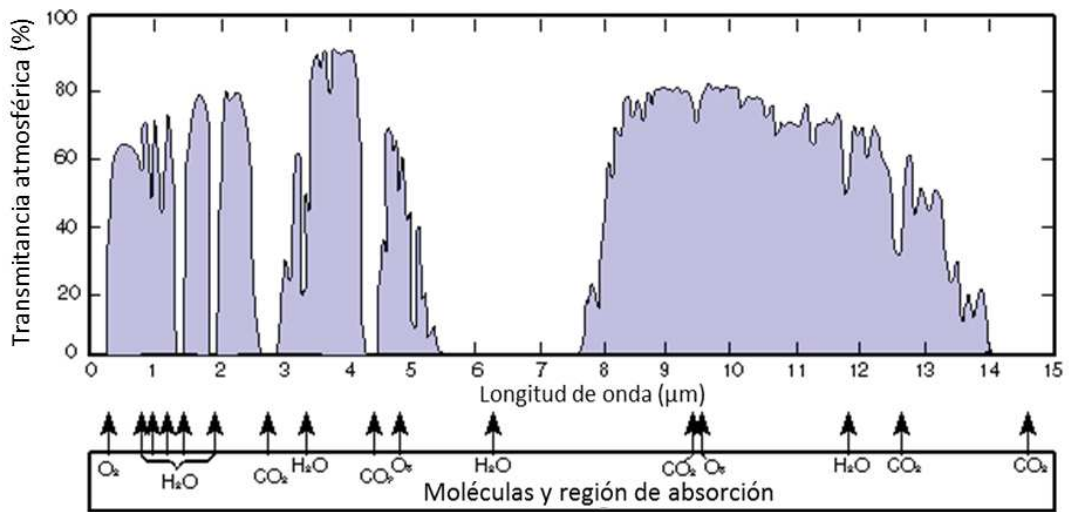


Figura 3.4: Transmitancia atmosférica en la región visible e infrarroja correspondiente a la distancia de una milla náutica al nivel del mar [50].

3.4 El sistema óptico

El sistema óptico lo pueden formar elementos como lentes, filtros, espejos o prismas.

El elemento fundamental de un sistema óptico es el objetivo que enfoca sobre el detector la radiación emitida por la fuente y modificada por el medio. El objetivo lo forman una lente o un conjunto de lentes ensambladas que se sitúan delante del detector.

El sistema óptico y el detector combinados determinan el intervalo espectral de trabajo y la resolución espacial, condicionando además el rango dinámico y con ello la resolución radiométrica. La banda espectral de trabajo está determinada por el intervalo espectral en el que es sensible el detector y en el que la óptica transmite la radiación.

Los materiales que más comúnmente se utilizan para los elementos ópticos en

infrarrojo son vidrios, cristales (como $NaCl$, CaF_2 , $KRS5$), semiconductores (Si , Ge), plásticos y metales. Los vidrios generalmente no transmiten en longitudes de onda mayores de $2.7 \mu m$, el óxido de silicio puede extender su longitud de onda de corte a $5 \mu m$, y algunos vidrios especiales lo extienden, como CaF_2 hasta $11 \mu m$ y $ZnSe$ hasta $20 \mu m$. El silicio y el germanio son los materiales más utilizados para la fabricación de elementos ópticos infrarrojos debido a sus buenas propiedades.

Las propiedades de transmisión de los elementos ópticos se modifican mediante el uso de recubrimientos multicapa [51] que disminuyen las pérdidas por reflexión o disminuyen la transmisión en regiones no deseadas. El material más utilizado para recubrimientos de 3 a $5 \mu m$ es el SiO_2 , otros materiales utilizados son ZnS , SiO o MgF_2 .

Debido a sus pobres propiedades termomecánicas, los plásticos no son considerados para fabricar elementos ópticos infrarrojos. Sin embargo, su bajo precio hace que sean usados en ocasiones para realizar ventanas. Por ejemplo el polietileno o el metacrilato se utilizan por su buena transmisión en el infrarrojo cercano. Algunos metales como el oro o el aluminio, tienen buena reflectancia en el infrarrojo, siendo muy atractivos para fabricar espejos.

La mayoría de los detectores infrarrojos se caracterizan por tener sensibilidad en una amplia banda espectral. Mediante sistemas ópticos específicos se puede proporcionar resolución espectral, es decir, capacidad de discernir entre diferentes longitudes de onda. Para ello se utilizan filtros interferenciales, redes de difracción, interferómetros de Michelson, etc. En función del número de bandas espectrales se diferenciará entre sistemas multiespectrales, que tienen normalmente entre 3 y 20 (p. ej. [52], [53]), y sistemas hiperspectrales que pueden obtener cientos de bandas (p. ej. [54], [55], [56]).

En función de la aplicación el diseño del sistema óptico deben optimizar las tres resoluciones mencionadas (espacial, espectral y radiométrica) y por lo tanto hay gran variedad de posibilidades, desde simples objetivos hasta complejos sistemas de lentes y espejos.

3.4.1 Términos y parámetros ópticos

En relación al trabajo de esta tesis cabe destacar los siguientes parámetros:

- *Pupila de entrada*: Es el elemento que determina el ángulo del cono de un haz de rayos que se enfoca dentro del plano de la imagen. Viene determinada por su diámetro D_p .
- *Distancia focal (f)*: Se define como la distancia desde el centro de la lente al punto donde convergen los rayos que inciden paralelos al eje óptico. Se utiliza

como una medida de cómo el sistema hace converger o diverger la luz. En sistemas ópticos complejos (*thick*) compuestos por múltiples lentes, el centro de la lente no es fácil de determinar y se define una distancia focal efectiva, o por simplificación se especifica la denominada como *back focal distance*, que define la distancia entre la última superficie óptica del sistema y el punto donde se focalizan los rayos. Esto facilita el montaje mecánico del elemento detector y dicha distancia suele definirse en los estándares de montaje más habituales como en el caso de C-mount.

- *Campo de visión instantáneo (Instantaneous Field of View - IFOV)*: Se define como el ángulo observable por un único detector en el eje óptico del sistema. El IFOV también se puede definir como el ángulo sólido en el cual un detector es sensible a la radiación.
- *Campo de visión (Field of View - FOV)*: Se describe como el tamaño angular máximo observable. También es expresado como el máximo tamaño de la imagen a la distancia de medida. Se obtiene multiplicando el IFOV por el número de píxeles en horizontal (HFOV) y en vertical (VFOV).
- *Profundidad de campo*: Es la distancia desde los planos más cercano y más alejado de una escena que aparecen claramente enfocados.
- *Distancia hiperfocal*: Es la mínima distancia a la que un sistema óptico puede enfocar con total nitidez hasta el infinito. La distancia se mide desde el centro óptico de la sistema hasta el primer plano enfocado nítido. Es la posición de enfoque que proporciona una mayor profundidad de campo.
- *Número F o F/#*: Define la relación entre la distancia focal de la lente y el diámetro de la pupila de entrada.

$$F/\# = \frac{f}{D_p} \quad (3.10)$$

El número F es un parámetro de gran importancia en el diseño de un sistema óptico. A menor $F/\#$ mayor es la cantidad de energía que llegará al detector. Esto aumenta la velocidad del sistema, al necesitarse menos exposición para la entrada de energía. No obstante, no siempre es ventajoso disminuir $F/\#$, porque un número F pequeño introduce más aberraciones; además, al reducir la apertura de entrada (mayor $F/\#$) se aumenta la profundidad de campo.

3.4.2 No idealidades ópticas

Una imagen óptica ideal significa que cada punto del elemento detector recibe radiación sólo desde un punto del campo objeto y todos los rayos que el sistema admite procedentes de ese punto objeto van a parar al mismo punto del detector. Las aberraciones suceden cuando la luz de un punto de un objeto no converge en un único punto después de transmitirse a través del sistema óptico. Las aberraciones causan dispersión de la distribución de radiancia de un campo objeto durante la transformación a imagen (desenfoque), lo que significa que la radiación de un punto en la escena es también medida por los elementos detectores adyacentes. Las aberraciones se pueden clasificar en *monocromáticas*, debidas a defectos geométricos en la construcción del elemento que provocan desenfoque, y en *cromáticas* que implican la imposibilidad de enfocar todas las longitudes de onda en un punto de convergencia provocando desenfoque, desplazamientos o cambios de tamaño en la imagen.

El *viñeteo* es otra no idealidad óptica que consiste en la variación de la señal transmitida por el sistema óptico a los detectores en función de su posición. Se traduce en la reducción de la señal en los bordes de una imagen en comparación con el centro de la imagen. Ocurre cuando la apertura de algún elemento óptico del sistema bloquea parte del haz de rayos que llega al detector. El viñeteo se puede corregir mediante el procedimiento de corrección de no uniformidades (ver sección 5.1).

3.5 El detector

La función del detector es generar una señal medible proporcional a la potencia electromagnética que incide sobre él. El detector puede considerarse un transductor: la energía electromagnética incidente varía alguna propiedad del detector y la variación es transformada en una señal eléctrica. Constituye el núcleo de sistema de imagen infrarroja. La calidad de la transducción determina en gran medida las características del sistema de imagen.

Existe gran variedad de detectores de radiación infrarroja, aunque estos pueden separarse en dos grupos:

- *Detectores cuánticos o fotónicos*: La transducción tiene lugar en un único paso en el que la absorción de los fotones procedentes de la radiación infrarroja genera cambios en la concentración o la movilidad de las cargas libres presentes en el elemento detector. Los detectores cuánticos normalmente requieren estar refrigerados para conseguir una sensibilidad óptima.

Los detectores cuánticos se subdividen en función del principio de operación.

Los más habituales son detectores semiconductores clásicos, en los que los desequilibrios en los portadores de carga producen variaciones en la resistencia del elemento detector (*fotoconductores*) o generan una corriente adicional (*fotodiodos*). Los detectores basados en MCT (mercurio-cadmio-telurio, $Hg_{1-x}Cd_xTe$) son muy utilizados, y pueden tener muy buenas prestaciones en MWIR (3-5 μm) y en LWIR (8-14 μm). En la banda MWIR trabajan los detectores de antimonio de indio ($InSb$). Para la banda SWIR (0.7-1.7 μm) se utilizan detectores basados en combinaciones $In_{1-x}Ga_xAs$. Todos estos detectores proporcionan muy buenas prestaciones en términos de sensibilidad, ruido, resolución espacial y número de detectores (se pueden encontrar arrays de hasta 1024×1024 detectores).

Existe una nueva gama de detectores cuánticos *fotoemisivos* utilizando diodos de barrera Schottky basados en $PtSi$, así como fotodetectores de pozo cuántico (*QWIP* - *Quantum Well Infrared Photodetectors*). Para la fabricación de detectores QWIP se utilizan multitud de combinaciones de semiconductores como GaAs/AlGaAs, InGaAs/InP, InGaAs/InAlAs y AlGaInAs/InP que proporcionan bandas estrechas de detección, aunque en función de la combinación de materiales detectores se puede situar la banda de sensibilidad en diferentes regiones del intervalo espectral entre 3 μm y 20 μm . Además, una solución muy innovadora es que pueden usarse como sensores multispectrales apilando diferentes configuraciones de banda estrecha en un mismo píxel. Los QWIPs ofrecen las mejores prestaciones en todos los sentidos, aunque por el momento tienen precios mucho más elevados que otros tipos de detectores.

- *Detectores térmicos*: En ellos la radiación incidente es absorbida, cambiando la temperatura del elemento detector, y la salida eléctrica es producida por el cambio con la temperatura de una propiedad física del material. Hoy en día los detectores térmicos más utilizados son los *microbolómetros*, donde la resistencia eléctrica varía con la temperatura. Los dos materiales más utilizados para la detección en microbolómetros son óxido de vanadio (VO_x) y silicio amorfo (αSi). Estos detectores pueden trabajar a temperatura ambiente sin refrigeración. Hoy en día las cámaras basadas en microbolómetros son las más económicas.

La refrigeración del detector se puede realizar con elementos electro-mecánicos como criorefrigeradores tipo *Stirling* o con elementos termoelectrónicos como celdas *Peltier*. La refrigeración del detector va a requerir mayor consumo y peso del sistema y en el caso de refrigeradores con elementos mecánicos una mayor sensibilidad a fallos por golpes o fin del tiempo de vida de los motores.

3.5.1 Ruido en el detector

El ruido es la principal limitación de un sistema, y ocurre en mayor o menor medida en todos los detectores infrarrojos. Es un tema estudiado muy ampliamente por autores como [39, 41, 46, 57]. Los tipos principales de ruido en un detector son:

- *Ruido de disparo o shot*: Es causado por las fluctuaciones de los fotones detectados debido su incidencia independiente sobre el detector. Es una consecuencia de la discretización de la energía electromagnética en fotones y su llegada aleatoria.
- *Ruido térmico o Johnson-Nyquist*: Es causado por el movimiento aleatorio de cargas (normalmente electrones) en los conductores eléctricos resistivos. Este ruido puede ser modelado por la siguiente ecuación [39, 57]:

$$i_T = \sqrt{\frac{4KTB}{R}} \quad (3.11)$$

Donde $K = 1,38 \cdot 10^{-23} \text{ JK}^{-1}$ es la constante de Boltzmann, T es la temperatura del detector $[K]$, R la resistencia de la carga, y B el ancho de banda del detector. De esta ecuación se extrae que el ruido térmico puede ser reducido enfriando el detector; esta es la razón por la que algunos detectores deben ser refrigerados para alcanzar unas prestaciones aceptables.

- *Ruido 1/f o flicker*: Es causado por la acumulación de cargas cerca de la superficie sensible del material semiconductor del detector. Produce una señal cuya densidad de potencia en el espectro de frecuencias es inversamente proporcional a la frecuencia. Este ruido dependiente de la frecuencia (también llamado ruido rosa), se diferencia de los ruidos de disparo y térmico en el sentido que estos son independientes de la frecuencia (ruido blanco).

3.6 Electrónica de lectura y acondicionamiento de la señal

La electrónica de lectura y acondicionamiento es la etapa en la que se obtiene la información una vez la radiación detectada ha sido transformada en una señal eléctrica por el detector.

En los sistemas de imagen, los detectores habitualmente se ensamblan como *FPA* (*Focal Plane Array*). Un FPA consiste en dos partes: el sensor fabricado en un material sensible a la radiación IR, y la *ROIC* (*Readout Integrated Circuits*) fabricada en *Si*. La ROIC realiza la lectura de la señal del sensor, y también contribuye al procesamiento de la señal. El sensor tiene una salida con una señal analógica de bajo nivel, que tiene

que ser amplificada y acondicionada de forma que el ruido del sistema sea únicamente el del detector, haciendo despreciable el ruido de la electrónica. Además, se agrega un aumento de la sensibilidad al sistema, por lo que se mejoran de forma sustancial sus prestaciones. Algunas de las tareas realizadas en esta etapa son la eliminación del nivel de offset constante (*skimming*), el filtrado electrónico paso bajo o paso banda del ruido, y la variación del ancho de banda de respuesta de la electrónica. La selección del tiempo de integración de la electrónica es otra tarea realizada en esta etapa; es equivalente al tiempo de obturación de las cámaras fotográficas comerciales, y constituye un parámetro fundamental para definir el rango dinámico del sistema. Una vez amplificada la señal se digitaliza con un conversor analógico-digital. Después, la señal es de nuevo procesada para proporcionar una señal utilizable por otros módulos.

Tras las primeras etapas de lectura y procesado en la FPA, se ensamblan tarjetas electrónicas que proporcionan una salida de digital de datos, que permite adaptar la salida electrónica de la detección con interfaces de transmisión de datos específicas (*Camera Link*, *Gigabit Ethernet*, etc.). Algunos sistemas de imagen cuentan con la electrónica para producir una salida de video compuesto (analógica) que puede ser visualizada mediante cualquier monitor estándar.

3.7 Figuras de mérito

Las *figuras de mérito* son los parámetros que permiten comparar y evaluar las prestaciones de los sistemas de imagen infrarroja [46], [41]. Algunas son específicas de sistemas de termografía, otras son comunes con otros campos, especialmente con sistemas ópticos de imagen en visible. Las prestaciones pueden referirse sólo a un componente por separado (habitualmente el detector), o pueden ser del sistema completo y surgen de la combinación de óptica, detector y electrónica, y podrán referirse a las propiedades radiométricas, espaciales o espectrales.

- *Rango dinámico*: Se corresponde con la ratio entre el valor de señal mayor y menor que puede detectarse en un mismo instante de tiempo, sin superar los límites de ruido y saturación del sistema.
- *Responsividad*: Se define como el cociente entre la señal de salida eléctrica generada en la detección, y a la potencia de la radiación incidente que llega al detector. Esta definición se puede extender de forma que abarque también las etapas posteriores de amplificación y acondicionamiento electrónico de la señal. También es frecuente extender dicha definición para incluir la dependencia con la longitud de onda, denominándose entonces responsividad espectral o respuesta espectral.

- *Potencia equivalente al ruido (NEP)* Se define como la potencia luminosa $[W]$ que debe incidir sobre el detector para tener una relación señal-ruido de 1. De esta figura se obtiene información sobre el umbral de detección de un detector IR, considerándose que potencias inferiores al NEP no pueden detectarse, ya que estarían por debajo de los niveles de ruido.

El valor de NEP depende de la longitud de onda y puede trabajarse con NEP espectral o NEP de cuerpo negro. Además al estar relacionada con el ruido, la NEP es dependiente del ancho de banda de trabajo (Δf) y del área (A) del detector; en general $NEP \propto \sqrt{A} \sqrt{\Delta f}$.

- *Detectividad específica (D^*)*: La NEP permite prever la potencia mínima detectable, pero sería conveniente disponer de una figura de mérito que no dependiera del tamaño del detector y el ancho de banda, y permitiera la comparación entre diferentes materiales y tecnologías de detección.

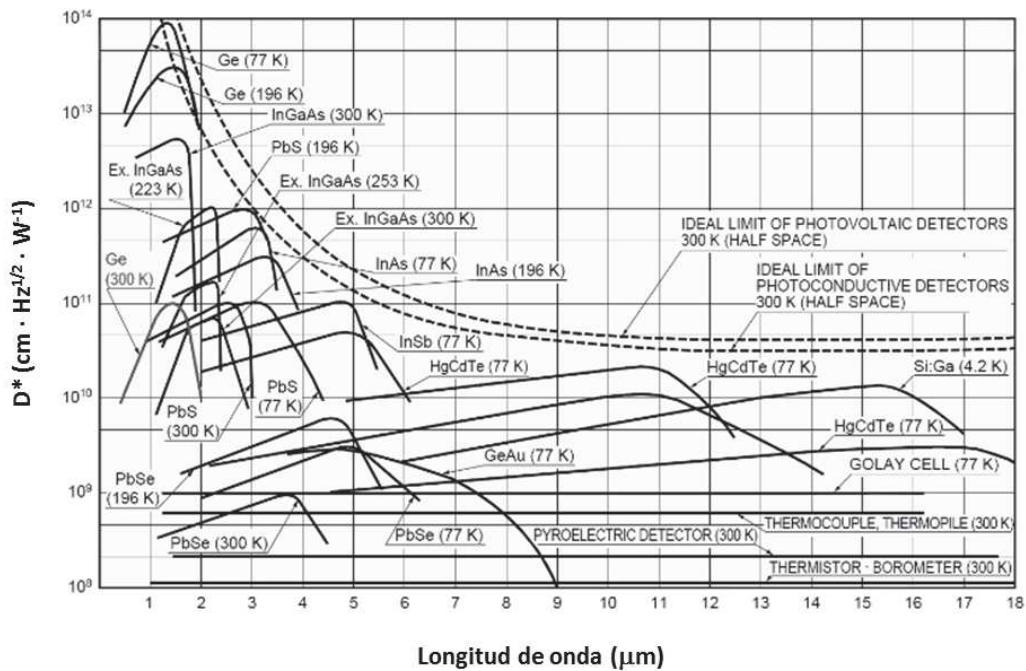


Figura 3.5: Curvas de detectividad específica frente a la longitud de onda para varios detectores infrarrojos comerciales [58].

Esto es lo que se consigue con D^* , que se determina experimentalmente a partir de la responsividad espectral y medidas de ruido en función de la frecuencia, dividiendo la NEP por las raíces cuadradas del área y el ancho de banda del detector y tomando su inverso. Al haber normalizado al área y al ancho de banda de detección, no depende de la configuración del detector en particular con el que se trabaja, sino de la tecnología y el tipo de detector. En principio

los detectores con mayor D^* son mejores, aunque en función de la aplicación pueden interesar otros por otros motivos, como el precio, el rango dinámico, la banda espectral de sensibilidad, etc.

- *Diferencia de temperatura equivalente al ruido (NETD)*: La resolución radiométrica se mide de manera casi universal mediante la *diferencia de temperatura equivalente al ruido* (NETD, de sus siglas en inglés, Noise Equivalent Temperature Difference). Es una figura de mérito análoga a la NEP pero expresada en temperatura; es decir es la variación de temperatura del objeto que provoca una variación de potencia sobre el detector igual a la NEP. Como convenio se define NETD tomando como referencia el incremento de temperatura sobre el fondo (que está a una temperatura T_{fondo}).
- *Resolución espacial*: Un sistema óptico ideal sin resolución espectral puede simplificarse a dos parámetros de importancia, el *número-f* ($F/\#$) y el *campo de visión* (FOV, Field Of View). Ambos afectan a la transferencia de potencia y a la calidad de la imagen. Un sistema con bajo $F/\#$ y gran FOV proporciona una alta transferencia de potencia a costa de una baja calidad de imagen con grandes aberraciones. Por el contrario, un sistema de alto $F/\#$ y bajo FOV tiende a presentar una imagen de mayor calidad pero con menor potencia incidente en el detector.
- *Función de transferencia de modulación (MTF)*: Un sistema de imagen puede ser entendido como un proceso de muestreo espacial, por el cual se traslada la escena observada (de naturaleza continua) a las señal proporcionada por el array (discreto) de detectores. Lo que, de entrada, supone que existirá una frecuencia espacial máxima recuperable asociada al periodo de muestreo, dado por el tamaño y la separación entre píxeles. Además del muestreo, elementos como el sistema óptico o efectos como el desenfoque introducen una degradación adicional, limitando aún más las prestaciones finales del equipo. Si dispusiéramos como entrada del sistema de una distribución tipo delta de Dirac bidimensional, el sistema de imagen recogería lo que se conoce como PSF o *Point Spread Function*, que traducida al dominio frecuencial proporciona la conocida como función de transferencia óptica u OTF, cuyo módulo es la función de transferencia de modulación o MTF [41, 46]. Esta última representa la ratio entre el contraste o modulación generado por el sistema de imagen frente al originario de la escena, para cada frecuencia espacial. Existen distintos procedimientos para estimar este parámetro, desde medidas del contraste con miras a distintas frecuencias hasta normativa ISO para el cálculo a través de bordes (*Edge Spread Function*)

y funciones de línea (*Line Spread Function*).

- *Mínima diferencia de temperatura resoluble (MRTD)*: Las resoluciones espacial y radiométrica están acopladas, y la figura de mérito que las engloba es la *mínima diferencia de temperatura resoluble* (MRTD, de sus siglas en inglés). Si la escena tiene cierta periodicidad dada por la frecuencia espacial f_x , el contraste de la imagen disminuirá cuando aumente f_x , lo que equivale a decir que aumenta la diferencia de temperaturas mínima detectable. Este efecto hace que haya un acoplamiento entre la resolución espacial y radiométrica. Desde este punto de vista, la NETD descrita anteriormente sería la MRTD para frecuencia espacial cero.

3.8 Transferencia de calor: Teoría básica

La transferencia de calor es el proceso de propagación de la energía térmica (calor) en un medio. Se produce siempre que existe un gradiente térmico y persiste hasta que se igualan las temperaturas (equilibrio térmico). Con termografía infrarroja se obtienen mapas térmicos con información sobre la distribución espacial de la temperatura, por lo que utilizando la teoría de transmisión de calor, se puede obtener información de la transferencia de energía en el interior de una estructura o entre diferentes estructuras.

En el caso de este trabajo, el sistema de dos cámaras desarrollado (capítulo 4) permite monitorizar la temperatura de las dos caras de una muestra plana durante un ensayo a fuego, o antes y después de la quema, durante un experimento con lámparas flash. Esta información de la evolución de la temperatura frente al tiempo en ambas caras, y la aplicación de la teoría de transmisión del calor para cada caso, permitirá extraer información sobre las propiedades térmicas del material de la muestra, sobre su degradación por efecto de la temperatura, y analizar los defectos internos del material producidos en el ensayo a fuego.

En esta sección se pretende dar una breve introducción de la teoría general de la transmisión del calor; más adelante, a lo largo del documento, se describirán en detalle las soluciones de los casos concretos de la transmisión de calor que han sido obtenidas en cada análisis:

- Modelado del experimento flash con pérdidas por enfriamiento para obtener las propiedades térmicas de la muestra antes y después del ensayo a fuego, ver sección 7.4.
- Teoría de ondas térmicas y termografía pulsada de fase para el análisis estructural de la muestra tras el ensayo a fuego, ver sección 8.3.

- Física del estado estacionario térmico para la obtención del número de Biot durante el ensayo a fuego, ver sección 9.2.1.
- Respuesta a excitación escalón y modelo de respuesta en la cara trasera a partir de la temperatura de la cara de la llama, para obtener la difusividad térmica del material durante el ensayo a fuego, ver secciones 9.2 y 9.4.

3.9 Leyes de la transferencia del calor

La termodinámica es la ciencia que estudia el calor y la temperatura pero, a pesar de su nombre, se ocupa de los estados de equilibrio de la materia sin considerar el flujo de calor ni la velocidad a la que se realiza la transferencia. En un análisis termodinámico se conoce la cantidad de energía necesaria para pasar de un estado al otro, pero no la velocidad de esa transferencia, porque el tiempo no se incluye como variable en el análisis [59]. De este tipo de cuestiones se ocupa la ciencia de la transferencia de calor. En casi cualquier rama de la ingeniería es muy común encontrar problemas de transferencia de calor que no podrían ser resueltos únicamente por el razonamiento termodinámico. Expondremos a continuación las leyes básicas de la transferencia de calor, definiendo previamente las propiedades térmicas más importantes.

3.10 Propiedades térmicas

3.10.1 Calor específico

El *calor específico* (c_p) [$J \cdot Kg^{-1} \cdot K^{-1}$] es una magnitud física que se define como la cantidad de calor que hay que suministrar a la unidad de masa de un material para elevar su temperatura 1 K . Describe la capacidad de un material de almacenar energía térmica sin cambiar de fase.

Calor específico volumétrico

La *capacidad calorífica volumétrica* ($c_p \rho$) [$J \cdot m^{-3} \cdot K^{-1}$] se define como la cantidad de calor que hay que suministrar a una unidad de volumen de un material para elevar su temperatura en 1 K . Se diferencia del calor específico en que está determinado por el volumen del material, mientras que el calor específico está basado en la masa del material.

3.10.2 Conductividad térmica

La *conductividad térmica* (κ) [$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$] describe el transporte de energía, en forma de calor, a través de un cuerpo y como resultado de un gradiente de temperatura (ver ecuación 3.13). Representa el calor transferido por conducción en un medio por unidad de superficie para un gradiente de temperatura de 1 K . Existen tablas muy exhaustivas de conductividad térmica de los materiales (por ejemplo consultar [60] o [61]).

3.10.3 Conducción: Ley de Fourier

La ecuación básica que describe la propagación del calor en un sólido es la Ley de Fourier de la conducción del calor:

$$\vec{\phi}(\vec{x}, t) = -\kappa \vec{\nabla} T(\vec{x}, t) \quad (3.12)$$

donde $\vec{\phi}$ es la densidad de flujo de calor [$W \cdot m^{-2}$], κ es la conductividad térmica [$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$] y $\vec{\nabla} T$ es el gradiente de temperatura [$K \cdot m^{-1}$]. En una dimensión:

$$\dot{q}(z, t) = -\kappa A \frac{\partial T}{\partial z}(z, t) \quad (3.13)$$

siendo \dot{q} la tasa de transferencia de calor [W] y A es la superficie a través de la que se propaga el calor [m^2].

3.10.4 Convección: Ley de enfriamiento de Newton

En la superficie externa de un sólido, la transmisión de calor se hace por convección y/o radiación. La convección viene descrita por la ley de enfriamiento de Newton:

$$\phi^{cnv} = -h(T_s - T_a) \quad (3.14)$$

El flujo de calor es proporcional a la diferencia entre la temperatura de la superficie del sólido T_s y la del fluido muy lejos de la superficie T_a . La constante de proporcionalidad h es el *coeficiente de convección* [W/m^2K], que a diferencia de κ no es una propiedad intrínseca del material sino de la configuración geométrica del objeto y las propiedades del fluido.

Estimación de la convección: Número de Biot

Mientras que la conductividad térmica (al ser un parámetro intrínseco del material) está tabulada para la mayoría de los materiales; el coeficiente de convección

(dependiente de las condiciones experimentales) no suele conocerse. Para la convección libre existen varios parámetros adimensionales que la describen en función de las características de la convección. Para el caso de convección entre un sólido y un fluido se define el número de Biot como:

$$Bi = \frac{h\delta}{\kappa} \quad (3.15)$$

donde h es el coeficiente de convección natural [$W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$], δ es la longitud característica del material (para una placa de espesor L , $\delta = L$), y κ es la conductividad térmica del material [$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$]; por lo tanto Bi representa una relación adimensional entre la convección y la conducción.

$$Bi = \frac{\text{Convección de calor en el fluido}}{\text{Conducción de calor en el sólido}} \quad (3.16)$$

3.10.5 Radiación: Ley de Stefan-Boltzmann

La ley básica de la radiación es la ley de Planck, ya expuesta en 3.2.3. Sin embargo, en los problemas de transferencia de calor a menudo basta con su versión definida para todo el espectro, es decir, la ley de Stefan-Boltzmann, que es la análoga a las leyes de Fourier y enfriamiento de Newton.

Suponiendo por simplicidad que el objeto es un cuerpo gris de emisividad ε , el flujo neto por radiación sería:

$$\phi^{rad} = -\sigma\varepsilon(T_s^4 - T_a^4) \quad (3.17)$$

Siendo T_s la temperatura de la superficie y T_a la temperatura del ambiente.

3.11 Ecuación del calor

En las ecuaciones de la conducción, convección y radiación aparece la densidad de flujo de calor que es un parámetro que no es fácil de medir y es a menudo desconocido. Es conveniente por eso construir una ecuación en la que sólo aparezcan temperaturas y parámetros propios del material. La ecuación del calor describe cómo se distribuye la temperatura en un cuerpo sólido en función del tiempo y el espacio.

Para relacionar el flujo de calor con la temperatura, recurrimos a la Figura 3.6. Suponiendo que no hay fuentes de calor en la masa, la diferencia entre la tasa de calor entrante y la saliente determina el ritmo de la variación de la temperatura del diferencial de masa (siendo c_p el calor específico y ρ la densidad):

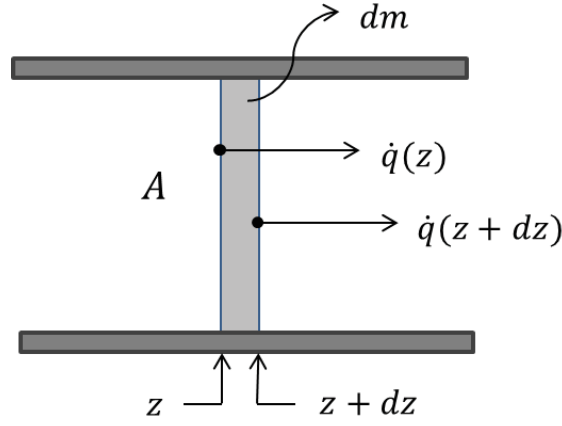


Figura 3.6: Consideramos un diferencial de masa $dm = \rho A dz$ entre los puntos z y $z + dz$ y conducción unidimensional (capas de arriba y abajo aislantes). La tasa de transferencia de calor es $\dot{q}(z)$ en z y $\dot{q}(z + dz)$ en $z + dz$.

$$\underbrace{[\dot{q}(z, t) - \dot{q}(z + dz, t)]}_{-d\dot{q}} = \frac{\partial T}{\partial t}(z, t) \cdot c_p \rho A dz \quad (3.18)$$

Lo que puede escribirse como

$$-\frac{\partial \dot{q}}{\partial z} = c_p \rho A \frac{\partial T}{\partial t} \quad (3.19)$$

y teniendo en cuenta la ley de Fourier, $\dot{q} = -\kappa A \frac{\partial T}{\partial z}$, se llega a la ecuación del calor unidimensional:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial z^2} - \frac{c_p \rho}{\kappa} \frac{\partial T}{\partial t} = 0 \quad (3.20)$$

Definiendo:

$$\alpha = \text{difusividad} \equiv \frac{\kappa}{c_p \rho} \quad (3.21)$$

la ecuación del calor queda como:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial z^2} - \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T}{\partial t} = 0 \quad (3.22)$$

Es fácil generalizar al caso tridimensional, quedando:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} - \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T}{\partial t} = 0 \quad (3.23)$$

Por otra parte, hay que subrayar que estamos suponiendo que no hay fuentes de calor en el medio y que éste es homogéneo (κ , ρ y c_p no presentan variación espacial).

Difusividad térmica: sentido físico

La *difusividad térmica* suele representarse con la letra α , y es un parámetro térmico intrínseco de los materiales. Relaciona la conductividad térmica (κ), el calor específico (c_p) y la densidad (ρ) de la siguiente forma:

$$\alpha = \frac{\kappa}{c_p \rho} \quad (3.24)$$

Tiene una interpretación física sencilla: mide la velocidad a la que se propagan las variaciones de temperatura en un medio. Es intuitivo que cuanto mayor sea κ mejor se propagará el calor, y que el incremento de temperatura que ese calor produzca será inversamente proporcional a $c_p \rho$.

La razón de que sus unidades sean de (m^2/s) (en vez de (m/s) , como sería esperable en una velocidad) es que la conducción del calor es un fenómeno difusivo, que a escala molecular podemos modelizar por un paseo aleatorio. En este tipo de procesos, el espacio recorrido no es proporcional a t sino a \sqrt{t} . Pero si $s \propto \sqrt{t}$, entonces $s^2 = cte \cdot t$; intuitivamente esa constante es la difusividad o un número proporcional a ella.

3.11.1 Condiciones de contorno

Para determinar la distribución de temperaturas en un medio es necesario resolver la ecuación del calor en su forma apropiada al problema específico. Esta solución depende de las condiciones físicas que existan en los límites (contornos) del medio, y de las condiciones iniciales. Las condiciones de contorno más comunes que se encuentran en la transferencia de calor se resumen a continuación referidas a la superficie $x = 0$:

1. Temperatura superficial constante.

$$T(0, t) = T_s \quad (3.25)$$

2. Flujo de calor superficial constante.

Densidad de flujo de calor conocido:

$$-\kappa \frac{\partial T}{\partial x} \Big|_{x=0} = \phi_s \quad (3.26)$$

Superficie adiabática o aislada:

$$\frac{\partial T}{\partial x} \Big|_{x=0} = 0 \quad (3.27)$$

3. Convección superficial.

$$-\kappa \frac{\partial T}{\partial x} \Big|_{x=0} = h[T_\infty - T(0, t)] \quad (3.28)$$

3.12 Caracterización y modelado de materiales compuestos en ensayos a fuego

3.12.1 Modelado térmico de los materiales compuestos en condiciones de fuego

El proposito del modelado térmico es calcular la distribución de temperaturas a través de una muestra cuando está sometido a un flujo de calor. En nuestro caso, el análisis y modelado de la transmisión de calor es un primer paso crítico e imprescindible para cualquier otro análisis posterior (de descomposición, de daño o estructural). El análisis térmico de los materiales compuestos sometidos a fuego es muy complejo porque depende de una gran cantidad de procesos, como: la conducción del calor a través del material original y la carbonilla, descomposición de la matriz polimérica y las fibras orgánicas, flujo de gases desde la zona de reacción a través de la zona carbonizada, expansión y contracción térmica, aumento de la presión, formación de defectos (delaminaciones, roturas y vacíos), reacciones entre la carbonilla y las fibras, etc.

El modelo térmico más frecuentemente utilizado para calcular la distribución de temperatura en materiales compuestos expuestos a fuego es el desarrollado por Henderson *et al.* [6]. El modelo es unidimensional e incorpora los procesos de transferencia de calor por conducción, pirólisis de la matriz polimérica y difusión de los gases de descomposición:

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \kappa \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial \kappa}{\partial x} \frac{\partial T}{\partial x} - \dot{m}_g c_{p(g)} \frac{\partial T}{\partial x} - \frac{\partial \rho}{\partial t} (Q_i + h_c - h_g) \quad (3.29)$$

Donde ρ es la densidad [$Kg \cdot m^{-3}$], κ es la conductividad térmica [$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$], c_p es el calor específico [$J \cdot Kg^{-1} \cdot K^{-1}$], $c_{p(g)}$ es el calor específico de los gases de descomposición [$J \cdot Kg^{-1} \cdot K^{-1}$], \dot{m}_g es el flujo másico de gases [$Kg \cdot m^{-2} \cdot s^{-1}$], Q_i es el calor de descomposición [$J \cdot Kg^{-1}$], y h_c y h_g representan las entalpías de las fases solida y gaseosa respectivamente. Están definidas como:

$$h_c = \int_{T_0}^T c_p dT \quad (3.30)$$

$$h_g = \int_{T_0}^T c_{p(g)} dT \quad (3.31)$$

En la ecuación 3.29, el término de la izquierda y el primer término de la derecha del igual representan la ecuación del calor ordinaria sin fuentes. Por lo tanto, describen la variación de la temperatura con el tiempo y el efecto de la conducción a través del espesor respectivamente. El segundo término a la derecha también tiene en cuenta la conducción considerando el cambio de la conductividad térmica con la posición. La conductividad térmica (κ) en estos términos es función de la temperatura y el estado de descomposición del material. El tercer término considera la energía resultante de la convección interna debida al flujo de gases calientes producto de la degradación de la matriz polimérica. El último término se refiere al cambio de temperatura por la generación y consumo de calor debido a la descomposición. Esta energía está controlada por el ritmo de la descomposición, y el calor de descomposición (Q_i) se determina experimentalmente y es negativo para las reacciones endotérmicas.

En el desarrollo del modelo, Henderson *et al.* asumen ciertas simplificaciones, y no tienen en cuenta la acumulación de los gases de descomposición en el material sólido, ni la expansión termomecánica del material; asumen también un equilibrio térmico entre los gases de descomposición y el material sólido.

Se han realizado numerosas adaptaciones y avances sobre el modelo de Henderson *et al.* 3.29. Son notables los trabajos de Sullivan y Salamon [62], McManus *et al.* [7] y Dimitrenko [63], en los que se consideran diferentes procesos de degradación de los materiales compuestos sometidos a fuego. Gibson *et al.* [64] y Dodds *et al.* [8] proponen una interesante modificación de la ecuación de Henderson *et al.* [6] para incluir el ritmo de la reacción de descomposición de la matriz polimérica. La reacción de descomposición se define a partir de medidas de TGA y su ajuste con la ecuación de Arrhenius. Este modelo proporciona la temperatura en cualquier posición del compuesto y en cualquier instante. También proporciona la pérdida de masa y la extensión de la carbonización, que están relacionadas con el término de descomposición.

En la revisión de Mouritz *et al.* [5] se hace referencia a varios trabajos que presentan validaciones de diferentes modelos térmicos frente a datos experimentales. La validación se realiza mediante predicciones de la temperatura en especímenes monolíticos y sándwich sometidos a diferentes ensayos de fuego.

Una característica común en las aproximaciones de modelado térmico es desacoplar el fuego del material compuesto. Para obtener datos experimentales, no se realizan experimentos con llamas, sino que se simula el efecto de un fuego real mediante fuentes radiantes controladas. El uso de este tipo de fuentes tiene la ventaja de favorecer ensayos más reproducibles y proporcionar resultados más limpios. Sin embargo, la

iniciación y el crecimiento del fuego no es considerado en los análisis. Tampoco es analizada la interacción del fuego y la superficie del compuesto, no incluyéndose efectos como el flujo de calor por convección debido a las turbulencias de la llama o el calor generado por la combustión de los gases liberados por el compuesto en descomposición. En lugar de eso, la mayoría de modelos ignoran las dinámicas del fuego y simplemente asumen que la superficie es calentada bajo condiciones controladas de flujo de calor o temperatura.

En [65] y [66] Miano *et al.* proponen una nueva aproximación para modelar, a partir de la difusividad térmica, la temperatura en materiales compuestos expuestos a fuego evitando la utilización de los modelos de descomposición de Arrhenius. En estos trabajos la difusividad térmica se presenta como un parámetro con información sobre las propiedades térmicas del material, y que además contiene información sobre su degradación. De este modo, mediante un modelo simple se consigue predecir con una buena aproximación las temperaturas de ensayos a fuego. No obstante, la aplicación del método propuesto por Miano *et al.* requiere de la fabricación de probetas específicas con una compleja sensorización usando termopares internos. Este hecho supone que esta metodología no pueda ser aplicada directamente sobre ensayos a fuego estándar.

3.12.2 Caracterización y modelado de las propiedades térmicas de compuestos en descomposición

Una predicción de la respuesta térmica de materiales compuestos requiere el conocimiento de las propiedades térmicas del material en el intervalo de temperaturas de interés. Las propiedades básicas son densidad, conductividad térmica y calor específico. Es necesario conocer tanto las propiedades del material virgen, como del material totalmente degradado (carbonilla), así como la transición entre ambos. Además, las propiedades de cada uno de los estados de degradación varían con la temperatura.

El cambio en la densidad con el tiempo debido a la descomposición y la volatilización de la matriz polimérica es comúnmente determinada mediante modelos cinéticos de degradación de Arrhenius [67–69].

Según [6] y [70] las propiedades térmicas se pueden modelar a partir del cambio de densidad. Previo a la descomposición, las propiedades son las del material compuesto virgen, mientras que después de la descomposición total las propiedades son las de la carbonilla. Las propiedades en estados intermedios de descomposición se determinan mediante una relación de proporcionalidad a partir de la fracción de material virgen remanente en la matriz sólida:

$$F = \left[\frac{m - m_f}{m_0 - m_f} \right] \quad (3.32)$$

donde m_0 se refiere a la masa inicial del material (material virgen) y m_f a la masa final del material completamente degradado (carbonilla).

A partir de la variable F , la conductividad térmica se modela como:

$$\kappa(T) = F \cdot \kappa_v(T) + (1 - F) \cdot \kappa_d(T) \quad (3.33)$$

y de la misma forma el calor específico se modela como:

$$c_p(T) = F \cdot c_{p(v)}(T) + (1 - F) \cdot c_{p(d)}(T) \quad (3.34)$$

PARTE II

SISTEMA DESARROLLADO PARA LA MEDIDA DE TEMPERATURA DURANTE ENSAYOS A FUEGO

Sistema de medida

En este capítulo explicamos el diseño y desarrollo de un nuevo sistema de medida especialmente adaptado para medidas de materiales sometidos a ensayos a fuego. El sistema ha sido pensado y probado para unos requerimientos de operación concretos, aunque posee una gran versatilidad y posibilita un rango de aplicación que va más allá de los requerimientos de partida, pudiendo ser aplicado sobre cualquier tipo de ensayo de resistencia a fuego o alta temperatura y sobre otros tipos de materiales además de los compuestos de matriz polimérica reforzada con fibra. No obstante, los ensayos a fuego realizados durante este trabajo han tomado como referencia el estándar ISO2685:1998 [10] que vamos a explicar brevemente en la siguiente sección.

4.1 Ensayos a fuego realizados (ISO2685:1998)

El ISO2685:1998 es un estándar internacional de la industria aeronáutica, que especifica las condiciones de ensayo para determinar la resistencia a fuego de estructuras localizadas en zonas designadas como *fire zones*. El material debe ser capaz de resistir la aplicación de calor de una llama estándar calibrada durante 5 minutos (*fire resistant*) o durante 15 minutos (*fire proof*). Durante el ensayo la probeta (de un tamaño de $600 \times 400 \text{ mm}$) es colocada en posición vertical y a una distancia de la tobera del quemador suficiente para conseguir los requerimientos de potencia y temperatura de la norma (en nuestro caso 100 mm). La llama debe ser calibrada en base al criterio del estándar antes de cada ensayo y sin ser apagada, aplicarse sobre el espécimen el tiempo

establecido. La llama debe alcanzar una temperatura de $1100 \pm 80^{\circ}\text{C}$ en una línea central de 100 mm y con un flujo de calor de $116 \pm 10\text{ KW}\cdot\text{m}^{-2}$. El quemador puede tener como combustible una mezcla de gases, o gasoil. En función del combustible, el diseño del sistema y de la bocacha del quemador es diferente, ver esquemas de la Figura 4.1.

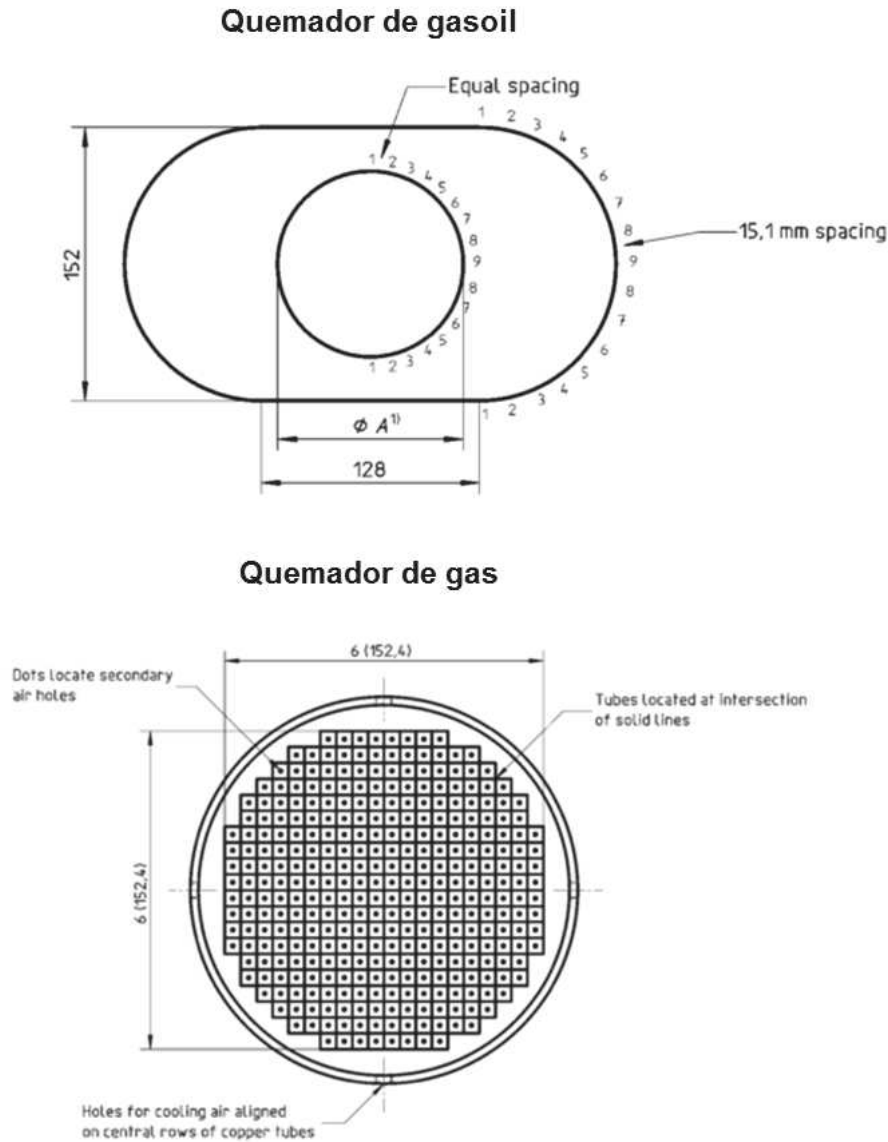


Figura 4.1: Esquemas de los quemadores con combustible de gas y gasoil según norma ISO2685:1998 [10].

Dos tipos de ensayos a fuego serán presentados a lo largo de este documento y ambos presentan ligeros cambios respecto al estándar ISO2685:1998:

1. Ensayo a fuego según la norma con quemador de gasoil, pero cambiando la distancia entra muestra y quemador de 100 mm , a los que se consiguen los requerimientos de calibración, a 200 mm . Esto se hace para facilitar la visión de la cámara en la cara de llama. Este cambio repercute en la temperatura y potencia que recibe la probeta de la llama. Mediante medidas con el sistema de calibración de llama en 12 ensayos diferentes se ha estimado que la temperatura de la llama a 200 mm es de $990 \pm 40^\circ\text{C}$ y la potencia de la llama sobre la muestra es $90 \pm 7\text{ KW}\cdot\text{m}^{-2}$.
2. El otro tipo de ensayo a fuego realizado es con un quemador de gasoil *Flaxmer LE-4*, similar al de norma aunque a menor escala y no calibrado. El quemador proporciona una potencia nominal entre $17,4 - 46,5\text{ kW}$, y el diámetro de la bocacha de salida es de 70 mm . Se sitúa a 200 mm de distancia de la muestra.

En ambos casos las temperaturas y el daño estructural obtenidos durante los ensayos son comparables a los encontrados en los ensayos de norma, como se mostrará en el capítulo 6.

4.2 Razonamiento del diseño del sistema de medida durante ensayos a fuego

4.2.1 Requerimientos básicos

- El principal requerimiento que se ha exigido al sistema es que la medida con él no interfiera en ningún momento en los procedimientos industriales o los ensayos a fuego que se miden. En este contexto la medida debe realizarse sin contacto, debe poder llevarse a cabo sobre las muestras utilizadas en la industria (relajando las limitaciones de tamaño o estructura habituales en los sistemas de medida actuales), y debe ejecutarse en el laboratorio de ensayos a fuego durante los propios ensayos (ambiente industrial, alto nivel de partículas en el ambiente, cambios de temperatura ambiente bruscos, etc.).
- Los ensayos a fuego son por su naturaleza destructivos, impidiendo su repetición de forma sencilla si algo sale mal. Teniendo en cuenta además el elevado coste por ensayo, el sistema debe estar basado en una tecnología muy desarrollada y por lo tanto de gran fiabilidad.
- Por otra parte, la temperatura es la magnitud principal en un experimento a fuego, y va a tomar parte en todos los procesos, térmicos o no, que se den durante el ensayo.

Todos estos requerimientos encajan perfectamente con las prestaciones que proporciona la tecnología de imagen IR, y la convierte en el mejor candidato como base del sistema desarrollado.

En esencia, nuestra propuesta consiste en el uso de dos cámaras IR que obtendrán imágenes de las dos caras del espécimen sometido a ensayo durante la duración completa de éste. Como se verá en los capítulos sucesivos, un procesamiento radiométrico adecuado nos permitirá obtener una información exhaustiva de la evolución térmica del espécimen, y obtener por tanto conclusiones sobre sus procesos de degradación.

Una imagen del montaje del sistema, configurado para la medida sobre muestras planas puede verse en la Figura 4.2. Cada cámara está situada en un lado de la muestra, de modo que el sistema mide simultáneamente la evolución de la temperatura de ambas caras durante el ensayo a fuego.



Figura 4.2: Montaje experimental de un ensayo a fuego monitorizado por el sistema desarrollado formado por dos cámaras IR que proporciona imágenes simultáneas, georeferenciadas y calibradas en temperatura.

El desarrollo razonado de los procesados y de la metodología para la medida de la temperatura durante los ensayos a fuego, junto con los resultados obtenidos en diferentes ensayos, se describen y discuten detalladamente a lo largo de los capítulos 5 y 6 de este documento. El procedimiento para la medida de temperatura en ensayos a fuego se describe detalladamente el [Apéndice A: Procedimientos](#).

El sistema ha sido diseñado para medir durante ensayos a fuego realizados con llamas tipo jet turbulentas. Sin embargo, es aplicable a otro tipo de ensayos a fuego o a alta temperatura, como por ejemplo con superficies radiantes, bengalas, o convectores como fuente de calor. El único requerimiento para el uso del sistema es que la superficie o superficies a medir sean accesibles al campo de visión de las cámaras.

En cuanto a el tipo de material apto para la medida, el sistema se ha desarrollado y probado para ensayos de materiales compuestos CFRP; sin embargo, su uso es perfectamente extensible al análisis de otros materiales compuestos como los reforzados

con fibra de vidrio, de matriz cerámica, madera de balsa, y también otros materiales no compuestos de interés industrial como metales, plásticos, etc. Los materiales de emisividad “demasiado baja” pueden suponer una limitación del sistema, debido al principio de medida de los sensores IR (ver capítulo 3). No obstante, esta limitación se ve compensada durante el desarrollo de los ensayos a fuego, debido al depósito de hollín procedente del quemador, que aumentara la emisividad de cualquier superficie haciéndola perfectamente medible.

En lo relativo a las estructuras, el sistema es capaz de medir sobre paneles monolíticos planos, estructuras tipo sándwich, paneles con herrajes embebidos u otras estructuras curvas o con formas complejas, si bien algunos elementos del procesado (en particular, lo relativo a la obtención de parámetros térmicos) presuponen que la muestra sea plana. En cuanto a las dimensiones de las estructuras, el sistema dispone de gran adaptabilidad en función del sistema óptico utilizado y la distancia de medida.

4.2.2 Decisiones de diseño

El sistema final planteado en este trabajo es fruto de años de trabajo y de la aplicación de la experiencia adquirida en tecnología de imagen infrarroja cuantitativa y en el análisis no destructivo de materiales. Además, la tecnología y la comercialización de cámaras infrarrojas ha sido testigo de un gran desarrollo en la última década, donde los sistemas han mejorado radicalmente sus prestaciones (mejora de la sensibilidad, incremento del tamaño de los FPA, etc.) y reducido su precio de venta. Por lo tanto, el diseño ha evolucionado en función de los problemas encontrados, las mejoras de procedimiento requeridas y las prestaciones de los sistemas disponibles; ha estado en constante desarrollo y es el resultado de una incesante evaluación crítica. Por ello han sido utilizados múltiples modelos diferentes de cámaras infrarrojas durante este desarrollo: Merlin Long Wave de INDIGO Systems, A40 de FLIR, A325sc de FLIR, sistema multispectral Orion sc7000 series de FLIR, sc6000 series de FLIR, sistema multispectral 640SM de THERMOSENSE GmbH, Caroline 640 de SENSIA S.L. Algunos de estas cámaras han sido utilizadas simplemente para un ensayo concreto con especificaciones especiales, para resolver algún problema particular de medida, o para probar una hipótesis de funcionamiento, y otros han sido utilizados habitualmente como parte del sistema fundamental. A continuación se desarrolla el razonamiento lógico desde un punto de vista funcional (no histórico) de las decisiones de diseño más relevantes.

■ Banda espectral y tipo de detector

Se ha elegido el infrarrojo térmico (TIR o LWIR, longitud de onda de $8\ \mu m$ a $14\ \mu m$) como región espectral para la medida, ya que en esta banda del espectro

infrarrojo existen regiones de baja emisión del CO_2 y el H_2O que serán útiles para el filtrado de los efectos de llama (ver sección 5.6). Además, esta es la banda de los detectores no refrigerados de microbolómetros, que son el tipo de detector más adecuado para una solución como la buscada (ver sección 3.5).

En efecto, los microbolómetros son detectores pequeños y ligeros, cualidad importante para el montaje en el laboratorio coexistiendo con el montaje del ensayo a fuego y el resto de sensores. Es una tecnología muy robusta con un elevado tiempo medio entre fallos, especialmente por el hecho de no requerir refrigeración, lo que elimina los motores y la mayoría de partes móviles que son una fuente de fallos del sistema, de mayor consumo eléctrico, y aumento de la masa. También, son sustancialmente más baratos (del orden de 10 veces) que los detectores refrigerados.

Las desventajas que presentan los microbolómetros frente a los detectores refrigerados en esta solución tienen un impacto mínimo. Son menos sensibles, pero teniendo en cuenta que dentro de una misma muestra los gradientes térmicos serán elevadísimos ($> 700^\circ C$ en la cara de la llama) el rango dinámico va a tener que ser ajustado en cualquier caso, en detrimento de la sensibilidad. Algunos sistemas refrigerados solucionan este tipo de problemas mediante una técnica bautizada como *super framing* [71], en la que se mide el mismo escenario a alta velocidad con diferentes configuraciones preparadas para rangos de temperatura que barran todo el intervalo requerido del escenario, y después se fusionan todas las imágenes cuasi-simultáneas en una única imagen que contiene para cada píxel sólo la información del rango con la configuración más apropiada. Esta técnica se ha intentado incorporar a nuestra solución y parece ser más adecuada para análisis cualitativo o en la medida de temperatura en escenarios más estables y controlados. Sin embargo, ha dado problemas cuando se aplica a escenarios térmicos transitorios como el del ensayo a fuego.

Otra desventaja de los microbolómetros frente a los detectores refrigerados es su menor velocidad de medida; no obstante, la frecuencia típica de medida de los microbolómetros ($\sim 60\text{ Hz}$) es más que suficiente para medir los eventos transitorios de un ensayo a fuego. En realidad, debido a la duración de los ensayos a fuego (normalmente entre 5 y 15 minutos) la secuencia adquirida es generalmente diezmada para reducir su tamaño (como ejemplo, una adquisición de imágenes de 640×512 píxeles de 16 *bits*, durante 15 minutos a 60 *Hz* tendría un tamaño mayor de 30 *GB*). Por último, los microbolómetros tienen mayor ruido que los detectores refrigerados, aunque actualmente los microbolómetros presentan valores de ruido muy bajos ($NETD < 40\text{ mK}$) más que suficientes

para abordar el problema planteado.

■ Sistema óptico

En lo referente al sistema óptico, se han utilizado distancias focales en torno a 20 mm . Esta focal es adecuada para visualizar muestras de $600 \times 400\text{ mm}^2$ a una distancia de $\sim 2\text{ m}$ entre la probeta y la cámara. Cuando se ha requerido realizar zoom sobre algún área en concreto, una óptica con focal de 50 mm ha sido suficiente.

El sistema está formado por dos cámaras, una midiendo en la cara sobre la que impacta la llama (cara de llama) y otra en la cara posterior (cara trasera). Para el filtrado espectral de la llama es necesario colocar un filtro interferencial en la cámara que mide esa cara (más información en la sección 5.6). Es aconsejable situarlo entre la lente y el detector para evitar el viñeteo (bordes negros por la interposición de un elemento que reduce el ángulo de visión). Además, un filtro situado frente a la lente está más expuesto a los cambios térmicos en el ambiente, a la radiación directa de la llama y a la suciedad ambiental. Para la colocación del filtro se ha utilizado un porta-filtros especialmente diseñado para su fijación interna para evitar desalineamientos o daños durante la manipulación.

■ Acondicionamiento para operación in-situ

Mientras la llama está encendida se producen cambios importantes en la temperatura ambiente de la sala del ensayo, que pueden alcanzar incrementos de más de 30°C . Además, la radiación directa de la llama, sobre todo en la cámara que mide la cara de llama, puede generar calentamientos locales muy significativos para la medida. Estos efectos son corregidos por software en la etapa de posprocesado (ver sección 5.4), no obstante, se ha evidenciado como muy recomendable el uso de un armazón adicional para el aislamiento térmico de las cámaras, y especialmente del sistema óptico. Este armazón, que incluye una entrada de refrigeración mediante aire seco, generará una atmósfera más estable en su interior y amortiguará la mayor parte de los cambios térmicos ambientales y de radiación de la llama.

Por motivos de seguridad, la zona del ensayo no es accesible durante las quemas por lo que el control del sistema se realiza de forma remota.

■ Sincronización y georeferenciación de imágenes

La comparación entre la información suministrada por ambas cámaras es un objetivo fundamental del desarrollo para obtener el máximo partido de las medidas de un ensayo a fuego. Por lo tanto, para la correcta comparación, las secuencias

procedentes de ambas cámaras deben ser *sincronizadas* y *georeferenciadas* entre sí; de este modo, cada píxel (i, j) de la imagen en cada cara pertenece al mismo punto de la muestra en el espacio, y cada imagen está tomada en el mismo instante en ambas caras.

Se han probado diferentes aproximaciones para la sincronización temporal de las secuencias de ambas cámaras. Una forma sencilla y efectiva es el uso de un evento visible para todas las cámaras, como el uso de una claqueta, o el encendido y apagado de la llama (en la cara trasera visto de forma indirecta mediante un reflejo o fuera del borde de probetas sin marco). Se ha desarrollado también una sincronización automática con la plataforma software LABVIEW [72]; esta solución ha sido utilizada durante una etapa del trabajo, pero más tarde se abandonó debido a la falta de versatilidad de la plataforma para la programación en tiempo real, y a algunos problemas surgidos en la integración de diferentes cámaras en el software. La utilización de una señal de trigger generada externamente debería ser la mejor solución para la sincronización; sin embargo, no todas las cámaras utilizadas durante las diferentes etapas del desarrollo disponían de entrada de sincronización por trigger. Finalmente, la opción generalizable a cualquier cámara y que mejores resultados ha proporcionado, es aprovechar el evento de encendido y apagado de la llama. Con esta solución se consigue una sincronización suficientemente buena teniendo en cuenta la dinámica de los ensayos a fuego, presentando una incertidumbre equivalente al paso de frecuencia de adquisición de las cámaras (e.g., $\frac{1}{60\text{ Hz}} = \pm 0,01\text{ s}$).

La georeferenciación de las imágenes se realiza usando puntos de control de localización conocida, que se utilizan para deformar las imágenes mediante software en posprocesado, de tal forma que tengan el mismo tamaño en píxeles y cada píxel determinado (i, j) se corresponde al mismo área de la placa para sus caras delantera y trasera. Se ha utilizado el software de tratamiento de imágenes ENVI [73], e independiente las funciones de procesado de imagen para referenciación espacial de Matlab [74], obteniéndose buenos resultados con ambas plataformas.

■ Adquisición y almacenamiento de secuencias

El carácter destructivo de los ensayos a fuego, unido a la complejidad de su preparación, en la que suelen participar varios equipos de distintas áreas de trabajo coordinadas, y el alto precio de su repetición, hace recaer sobre los todos los sistemas que intervienen en el ensayo un requerimiento extra de fiabilidad. Para aumentar la fiabilidad de la medida, el software vuelca los datos en memoria en paquetes de 200 imágenes, en vez de guardar en memoria RAM la adquisición

completa hasta finalizar el ensayo (lo que en caso de cualquier fallo durante la medida supondría la pérdida de todos los datos ya adquiridos).

Las secuencias adquiridas durante el ensayo suelen tener un gran tamaño en el eje de temporal (número de bandas temporales= tiempo de quema en s multiplicado por la frecuencia de adquisición en Hz), por lo que para el posterior procesado y gestión de los datos es muy recomendable trabajar con las secuencias de imágenes (bandas) codificadas en formato de interlineado BIL (*band interleaved by line*). Esta codificación guarda los valores de los píxel de una fila imagen a imagen para toda la secuencia antes de cambiar a la siguiente fila. La codificación BIL permite un rápido acceso a la información de los perfiles temporales y las imágenes, siendo una solución intermedia aceptable, frente a las codificaciones BSQ (*band sequential*, muy rápida para imágenes y lenta para perfiles temporales) y BIP (*band interleaved by pixel*, muy rápida para perfiles temporales y lenta para imágenes). En la Figura 4.3 describe esquemáticamente el orden de los datos en cada condificación.

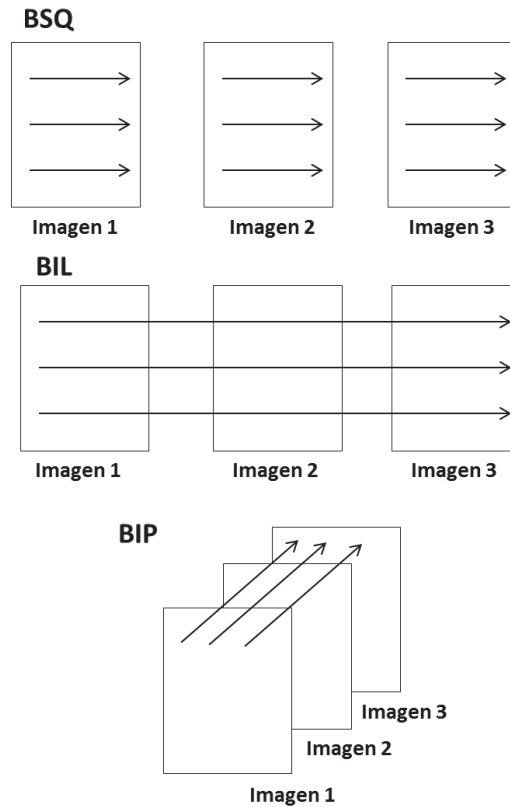


Figura 4.3: Esquema a modo de ejemplo del orden de los datos en cada codificación de interlineado de secuencias de imágenes. BSQ = (*band sequential*, BIL = *band interleaved by line* y BIP (*band interleaved by pixel*.

4.2.3 Especificaciones técnicas del sistema

A modo de resumen del diseño razonado en la sección anterior, podemos concluir que:

- El sistema está formado por dos cámaras IR que adquieren simultáneamente imágenes de ambas caras de una muestra durante el ensayo a fuego.
- El resultado final de la medida es una secuencia de imágenes simultáneas de ambas caras de la placa, con el mismo tamaño en píxeles, y en la cual los números digitales de cada píxel correspondiente proporcionan, tras la calibración, temperaturas del mismo área de la placa para sus caras delantera y trasera.
- Como explicaremos en el capítulo siguiente, la imagen de la cara de la llama está libre de los efectos de la llama.

La medida con el sistema permite la comparación de isotermas, perfiles de temperatura espacial, o la evolución temporal de la temperatura en un punto en ambas caras. Estos resultados proporcionan información crucial para estudiar el efecto del fuego en materiales compuestos CFRP en las condiciones reales generadas en los ensayos. El procedimiento completo se resume esquemáticamente en la Figura 4.4.

A continuación se recopilan las características técnicas que debe cumplir el sistema a partir de las normas de diseño razonadas en el capítulo anterior y que son válidas para diversas cámaras disponibles en el mercado actualmente. Como se comentó en el apartado anterior, se han utilizado múltiples componentes y cámaras infrarrojas comerciales adaptadas a los intereses de la aplicación para formar el sistema, en función de las necesidades, de mejoras de procedimiento, la disponibilidad, o la evolución del mercado de cámaras infrarrojas, entre otros motivos. Por esto, las especificaciones técnicas descritas en las tablas 4.1 y 4.2 no hacen referencia a ningún sistema comercial concreto, sino que son normas de diseño que deben cumplir los componentes candidatos para formar el sistema.

En la tabla 4.1 se describen las especificaciones técnicas de los detectores IR de las dos cámaras que integran el sistema.

En la tabla 4.2 se describen las especificaciones de las dos lentes utilizadas para las medidas (lente habitual para visualizar las estructuras completas, otra para zoom), y el filtro para eliminar los efectos de la llama en la cámara de la cara de llama (ver sección 5.6).

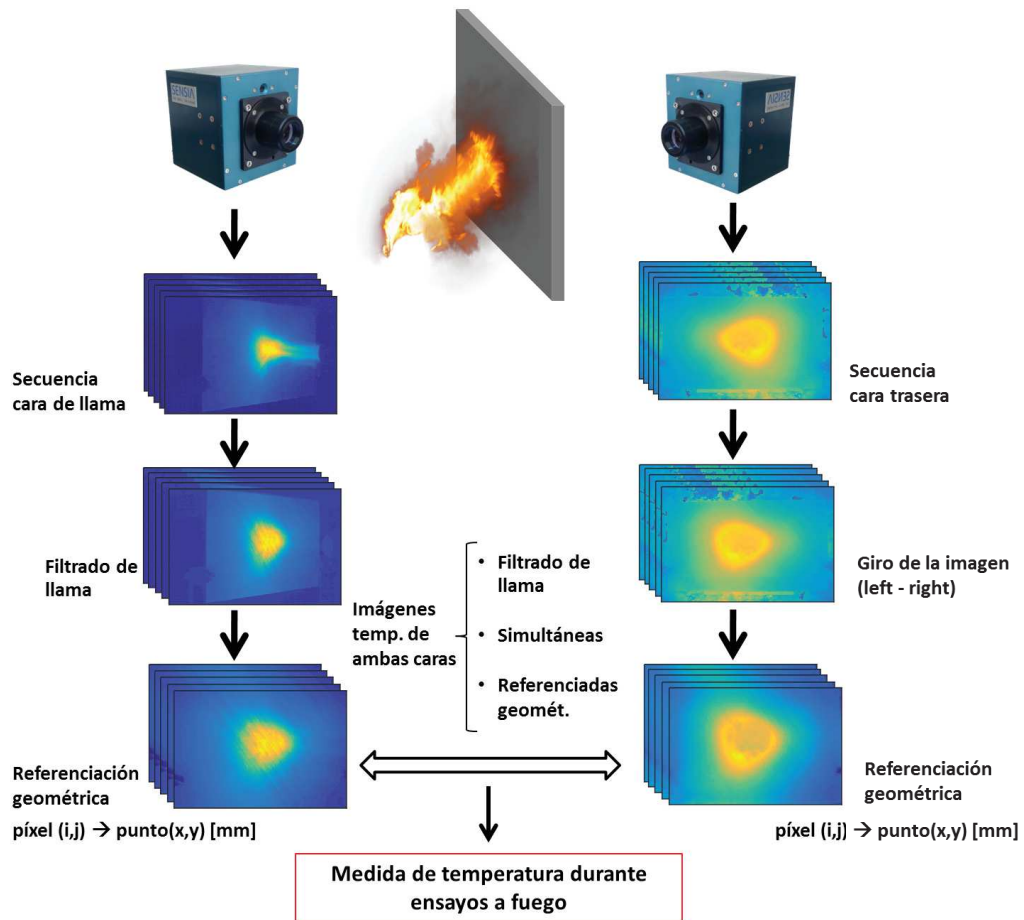


Figura 4.4: Esquema del procedimiento utilizado para obtener las secuencias de imágenes temperatura durante ensayos a fuego. Las imágenes de la cara de la llama tienen filtrada la llama, ambas caras son simultáneas y están geométricamente referenciadas durante todo el ensayo a fuego.

Tabla 4.1: Especificaciones técnicas de los detectores que forman parte de las dos cámaras que integran el sistema.

Detector	
Tipo de detector	Microbolómetro no refrigerado
Material detector	Oxido de vanadio (VO_x)
Rango espectral	7.5-14.0 μm
Resolución	mínimo 320×240 / recomendado 640×512
Tamaño del detector (<i>pitch</i>)	$< 25 \mu m$
NETD	$< 50 mK$
Temperatura de operación	$0^\circ C$ a $+65^\circ C$
Otras características	- Termoestabilización del FPA - Corrección de campo plano mediante obturador (<i>shutter</i>)
Electrónica/Imagen	
Frecuencia de muestreo	60 Hz
Rango dinámico	14 <i>bit</i>
Transmisión de datos en tiempo real	Gigabit Ethernet (60 Hz)
Interfaz de control y la transmisión de datos	Gigabit Ethernet
Medida	
Rango de temperatura	desde $T_{ambiente}$ hasta $1200^\circ C$
Precisión	$\pm 2\%$ de la lectura

Tabla 4.2: Especificaciones de los componentes del sistema óptico.

Lente para visualizar estructuras completas	
Distancia focal	18.0 mm
Número F	$f/1,3$
Banda espectral	7,5 – 14,0 μm
Distancia mínima de enfoque	$\leq 100mm$
Lente zoom	
Distancia focal	50 mm
Número F	$f/1,5$
Banda espectral	7,5 – 14,0 μm
Distancia mínima de enfoque	$\leq 500mm$
Filtro de llama	
Banda espectral	Centrado= 9585 nm Ancho= 935 nm
Diámetro	25.4 mm (1")

Procesado radiométrico y filtrado de llama

La información que se obtiene directamente de la medida de una cámara infrarroja es una señal digital que está relacionada con la energía que incide en cada píxel del detector, y que procede de la radiación de un objeto, siendo función de su temperatura y sus propiedades (ver sección 3.3).

Realizar medidas de temperatura precisas durante los ensayos a fuego es esencial para entender los procesos térmicos y estructurales que se producen en las muestras ensayadas. Sin embargo, la medida de temperatura durante ensayos a fuego es una tarea que presenta grandes dificultades, no solo por las severas condiciones ambientales de medida y los altos requerimientos del sistema para medir un proceso cambiante y complejo, sino además por las incertidumbres relacionadas con los efectos de la llama.

En este capítulo se presentan la metodología y procesos llevados a cabo para obtener, a partir de la información proporcionada por las cámaras del sistema, imágenes manejables y calibradas de la temperatura o radiancia de las dos caras de una muestra plana ensayada a fuego.

5.1 Corrección de no uniformidades (NUC)

A pesar de estar fabricados sobre el mismo material e igualmente polarizados, los diferentes detectores individuales (píxeles) debido a las tolerancias de fabricación o ciertas no idealidades ópticas en la medida, entre otros motivos, tienen diferencias en su respuesta.

La respuesta de un detector está definida por sus valores de ganancia (pendiente de la gráfica de respuesta frente a la radiación incidente) y *offset* (nivel de cero). La dispersión de los valores de ganancia y *offset* en los píxeles de un detector, tiene como resultado una imagen con dispersión (no uniformidad) incluso cuando ésta es medida para una escena perfectamente uniforme. Por lo tanto para todos los sistemas de imagen que posean más de un detector la no uniformidad tiene que ser corregida. A este proceso se le denomina *corrección de no uniformidades* (NUC, de sus siglas en inglés). Un ejemplo del efecto de la aplicación de la NUC se presenta en la Figura 5.1.

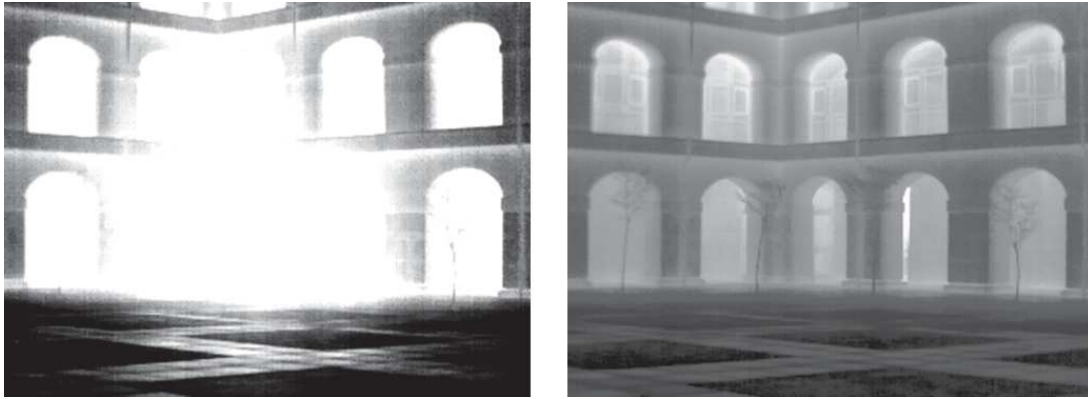


Figura 5.1: Imagen IR del patio del edificio Sabatini del campus de Leganés de la Universidad Carlos III de Madrid. Izquierda: Imagen antes de la corrección de no uniformidades. Derecha: Imagen tras la uniformización.

La NUC siempre se ejecuta antes de la etapa de calibración ya que se utiliza como base del procesado la linealidad de la respuesta del detector frente a la radiancia incidente. Se realiza colocando enfrente de la lente de la cámara una referencia de temperatura homogénea. La referencia es cuerpo gris, plano, con baja reflectividad y superficie uniforme. En la práctica, la NUC se realiza en dos etapas: una primera *NUC a dos puntos* general que se aplica a todas las imágenes, una segunda *uniformización a un punto* que se realiza de forma dinámica cuando cambian las condiciones de operación de la cámara (principalmente su temperatura).

La NUC a dos puntos se realiza con dos referencias a diferente temperatura, que llamaremos referencia caliente y referencia fría. Es importante que las referencias cubran toda la imagen con una señal uniforme, y que ambas estén dentro del rango de respuesta lineal del detector y lo más separadas entre sí que sea posible. Con estas dos referencias se obtiene para cada píxel (i, j) un valor de offset ($off_{i,j}$) y otro de ganancia ($G_{i,j}$) mediante la relación lineal entre la radiancia (L) de la referencia y el nivel digital (ND) que proporciona la cámara:

$$L^{caliente} = G_{i,j} \cdot ND_{i,j}^{caliente} + off_{i,j} \quad (5.1)$$

$$L^{fria} = G_{i,j} \cdot ND_{i,j}^{fria} + off_{i,j} \quad (5.2)$$

$L_{i,j}^{caliente}$ y $L_{i,j}^{fria}$ son las radiancias de las referencias caliente y fría que se obtienen mediante la integración de la radiancia en el ancho de banda espectral de medida de la cámara según la ley de Planck para la temperatura y emisividad del objeto utilizado como referencia. De la resolución de este sistema de dos ecuaciones se obtiene:

$$G_{i,j} = \frac{L^{caliente} - L^{fria}}{ND_{i,j}^{caliente} - ND_{i,j}^{fria}} \quad (5.3)$$

$$off_{i,j} = L^{caliente} - G_{i,j} \cdot ND_{i,j}^{caliente} \quad (5.4)$$

Una vez conocidos los valores de ganancia y offset para cada detector del array, la imagen uniformizada se obtiene aplicando para cada píxel la siguiente relación:

$$L_{i,j}^{uniformizada} = G_{i,j} \cdot ND + off_{i,j} \quad (5.5)$$

De este modo no sólo se obtendría una imagen uniformizada, sino también calibrada en radiancia. Este tipo de calibración conlleva una serie de complicaciones practicas (ver sección 5.3). Aparte de esto, en otras ocasiones sólo se requiere una imagen uniforme no calibrada. En estos casos, la NUC se puede realizar únicamente utilizando niveles digitales. Para ello se debe fijar un criterio para definir el valor en ND que se toma como referencia, por ejemplo el valor medio del ND de todos los detectores de la imagen. En este caso tendríamos $ND^{caliente}$ en lugar de $L^{caliente}$ en 5.1, y ND^{fria} en lugar de L^{fria} en 5.2. Se consigue una imagen uniforme sin necesidad de conocer la radiancia de las referencias, y la imagen calibrada puede obtenerse en un proceso posterior de calibración utilizando unos pocos píxeles de la imagen uniformizada.

Es importante señalar que las cámaras internamente realizan una primera compensación de los valores de offset antes de realizar cualquier operación, de este modo la respuesta de cada detector es colocada dentro del rango dinámico del conversor A/D de la electrónica de la cámara. Si en lugar de una cámara comercial, se trabaja con un detector a bajo nivel que no realiza este proceso internamente, es muy importante consultar con el fabricante o suministrador del sistema para aplicar este proceso “manualmente” mediante las opciones de control de la electrónica de proximidad.

En la figura 5.2 se muestran los tres pasos del proceso de la NUC a dos puntos.

Realizar la NUC a dos puntos es suficiente para conseguir una buena uniformidad de la imagen en las condiciones en las que se realiza. No obstante, la calidad de la NUC se basa en la estabilidad del detector en operación. Las derivas térmicas en el detector cambiarán la respuesta de los píxeles del detector y una nueva NUC

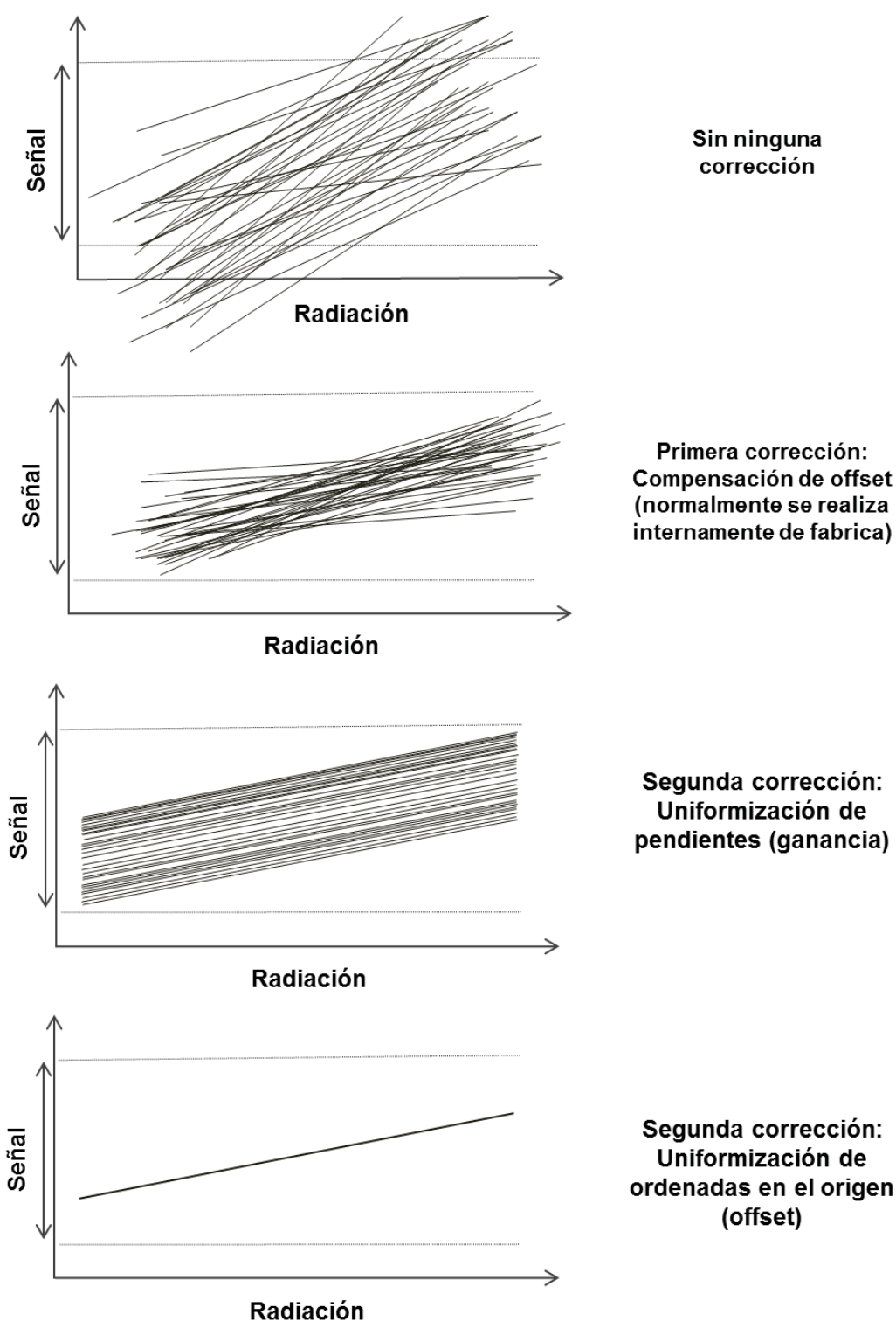


Figura 5.2: Detalle gráfico del método de aplicación de la NUC a dos puntos. La aplicación de la corrección de ganancia y offset se realiza generalmente de forma simultánea, aunque aquí se ha separado por claridad (en la corrección a un punto se uniformiza únicamente el offset). Tras la NUC todos los detectores tienen la misma respuesta.

será necesaria. Estas derivas térmicas pueden deberse a cambios en las condiciones ambientales, por una fuente de calor que incida directamente en la cámara, o por una defectuosa termoestabilización del detector y se traducen generalmente a una variación del offset, sin que afecten generalmente a la ganancia.

La termoestabilización del detector no refrigerado se realiza normalmente mediante un elemento Peltier pegado al FPA, pero el detector puede sufrir importantes cambios térmicos producidos por fuentes calor procedentes de las etapas de la electrónica o de la carcasa que no son compensados suficientemente por el Peltier. Estos cambios térmicos suponen un gran inconveniente por su impredecibilidad y su carácter local, por lo que es fundamental que el detector se encuentre bien aislado térmicamente independientemente de la termoestabilización.

A pesar de todas las precauciones, normalmente los cambios térmicos en el detector durante la operación son inevitables. Una solución para mantener la uniformidad del detector con el tiempo es aplicar diferentes NUC a dos puntos, obtenidas previamente y guardadas en memoria, en función de la temperatura del detector. Esta solución no resulta en buenas uniformizaciones cuando la temperatura ambiente cambia rápidamente, como durante un ensayo a fuego, y la mejor solución encontrada ha sido la realización dinámica de NUC a un punto. La NUC a un punto consiste en proporcionar al sistema una referencia periódicamente durante la medida. Algunos sistemas poseen obturadores que aplican una referencia en función de la temperatura del detector o del tiempo. Si el sistema no dispone de obturador, es recomendable al menos proporcionar una referencia con un objeto uniforme al iniciar y al finalizar una adquisición.

5.2 Corrección de píxeles malos

Una matriz de detectores ideal consiste en un 100 % de detectores perfectos, los cuales, tras realizar la NUC, proporcionará la misma señal de salida cuando reciban la misma potencia radiante. Desafortunadamente algunos detectores de la matriz, llamados *píxeles malos*, no cumplen esta respuesta por un mal funcionamiento de los detectores o por una no uniformidad demasiado lejos de la media para poder ser corregidos mediante la NUC. En la práctica todas las cámaras comerciales tienen píxeles malos. Los mejores fabricantes establecen una tolerancia de píxeles malos menor que 0,01 % para sus matrices de detectores. Por ejemplo, esto supone un máximo de 32 en una matriz de 640×512 píxeles. Normalmente se corrigen electrónicamente reemplazando su señal por una media de sus píxeles vecinos. El problema sólo se manifiesta si los píxeles malos aparecen en agrupaciones. En este caso, las respectivas localizaciones de los píxeles malos no son adecuadas para la medida de temperatura,

lo que puede afectar especialmente a los objetos muy pequeños.

5.3 Calibración de la cámara

La señal obtenida por cada uno de los píxeles que conforman una imagen es el resultado de aplicar una cierta función de proporcionalidad a la potencia radiante (o flujo Φ) que alcanza el área de cada elemento detector. Este flujo incidente está relacionado con la irradiancia mediante el área del detector ($\Phi = E_d A_d$), y a su vez la irradiancia (E_d) se relaciona con la radiancia incidente (L_d) mediante el ángulo sólido proyectado del píxel: $E_d = L_d \Omega_d$. Debido a la propiedad de invariancia de la radiancia se garantiza que L_d es igual a la radiancia saliente del objeto emisor, y por lo tanto *la señal en un píxel es proporcional a la radiancia emitida por la correspondiente región del objeto enfocado*. Podemos decir por eso que una cámara IR que forma imagen (es decir, bien enfocada) es un sensor de radiancia [75].

El propósito de la calibración es determinar con precisión las relaciones cuantitativas de proporcionalidad entre la salida de una cámara infrarroja y la radiación incidente. Para el procedimiento de calibración, se utilizan referencias de temperatura conocida y emisividad también conocida próxima a la unidad (comúnmente llamados cuerpos negros, aunque rigurosamente son cuerpos grises). La relación entre las magnitudes radiométricas, como la radiancia, y la temperatura está bien definida para un cuerpo negro (ver sección 3.2). Por lo tanto, el procedimiento de calibración se basa en medir la relación entre la señal de la cámara y la temperatura del cuerpo negro.

La calibración se puede realizar por dos caminos:

1. Obteniendo la relación entre señal de cada píxel y la emisión del cuerpo negro.

Esto es equivalente a realizar una NUC (en la escala de temperatura o radiancia), por lo que no sería necesario realizar la NUC previamente.

Este procedimiento requiere que el cuerpo negro abarque el campo de visión completo. Esto se consigue acercando mucho un cuerpo negro extenso, lo cual no es recomendable cuando se trabaja con el cuerpo negro a alta temperatura. Además, para temperaturas muy altas no existen cuerpos negros de superficie extensa, y sería necesario realizar un barrido con un cuerpo negro de cavidad para cubrir toda la imagen del detector, lo que supone una complicación práctica que hace el proceso muy trabajoso y acarrea muchas fuentes de incertidumbre a lo largo del procedimiento.

2. Obteniendo una única relación entre señal y cuerpo negro para todo el detector.

En este caso se realiza la calibración para una región de píxeles. Esto puede hacerse tras realizar la NUC, ya que entonces la respuesta de todos los píxeles es la misma; requiere sólo tener enfocado el cuerpo negro en algunos píxeles.

En este trabajo se utiliza la opción 2, ya que elimina los problemas de acercar el cuerpo negro a alta temperatura y facilita la medida sobre cuerpos negros de cavidad, que tienen un área pequeña pero son imprescindibles para el trabajo a altas temperaturas.

No obstante, incluso en esta opción, es recomendable mantener el cuerpo negro lo más próximo posible a la cámara para minimizar el efecto de la absorción atmosférica en el camino. Si la calibración se puede realizar lo suficientemente cerca, y la banda de trabajo está fuera de la absorción de los gases atmosféricos (principalmente CO_2 y H_2O), se puede suponer un 100% de transmitancia; si no, habría que incluir en la calibración una corrección debida a la absorción atmosférica. Como ejemplo, en la Figura 5.3 se muestra la transmitancia atmosférica en el rango espectral de $3\ \mu m$ a $12\ \mu m$ simulada con la base de datos MODTRAN [76] para dos caminos horizontales de $1\ m$ y $10\ m$. Para la simulación se ha utilizado el modelo atmosférico *1976 US standard* y un modelo de aerosoles urbano predeterminado en MODTRAN. Se observa cómo la intensidad de las bandas de absorción aumentan con la distancia, aunque entre 8 y $12\ \mu m$ sigue siendo muy pequeña incluso para $10\ m$ de distancia.

Hay que señalar que se pueden utilizar más de dos puntos a lo largo del rango dinámico para definir la respuesta y así reducir la incertidumbre. Habitualmente se asume linealidad en el rango dinámico, y suele ser una buena aproximación; no obstante, en los rangos dinámicos muy amplios (como el de la medida durante un ensayo a fuego) pueden aparecer no linealidades en los valores más extremos, con el método de calibración elegido se pueden identificar y corregir.

La señal de salida de una cámara depende de su respuesta espectral, determinada por la responsividad espectral del detector, por transmitancia espectral del sistema óptico (lente y filtro), y por el valor constante característico de la lente asociado al número F. Por lo tanto al cambiar cualquier elemento óptico, la calibración cambia.

Además de la dependencia espectral, la señal de salida de la cámara se ve afectada por la temperatura ambiente, así como por la radiación procedente de las partes de la cámara como la lente, la ventana del detector, la carcasa, y las partes internas de la cámara. Estas fuentes térmicas suponen una radiación adicional que causa un aumento de la señal base del sensor en ausencia de flujo incidente (offset). En detectores no termoestabilizados, estas fuentes térmicas son mucho más influyentes y pueden generar incluso cambios en la ganancia del detector. En este caso sería necesario realizar diferentes calibraciones en función de la temperatura, utilizando compartimentos estancos que generan atmósferas controladas (cámaras climáticas).

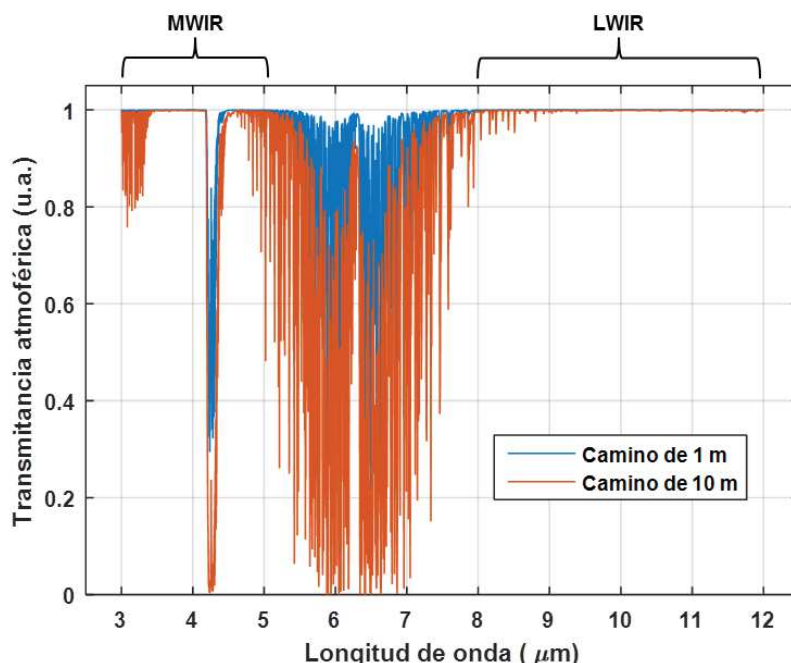


Figura 5.3: Transmitancia atmosférica en el rango espectral de $3\ \mu\text{m}$ a $12\ \mu\text{m}$ simulada con la base de datos MODTRAN para dos caminos horizontales de $1\ \text{m}$ y $10\ \text{m}$. Modelo atmosférico *1976 US standard*, modelo de aerosoles urbano (predeterminado).

En el resto de casos, este efecto se elimina mediante la estimación del valor de offset antes de cada medida mediante la adquisición de una referencia uniforme fría (que no proporcione señal por encima del offset), que es restada de la secuencia adquirida. De este modo, se realiza lo que denominaremos una calibración “sin offset” en la que quedan eliminados todos los efectos espurios generados por cambios ambientales o del sistema. Esto requiere que todas las imágenes que se quieran calibrar deben ser “sin offset”, habiendo adquirido la imagen de offset recomendablemente al inicio, al final o durante la medida. Este método supone una sencilla solución a un problema de gran complejidad ya que las fuentes térmicas que afectan a la medida, sobre todo en escenarios complejos como el del fuego, son muy difíciles de estimar incluso con el uso de cámaras climáticas.

5.3.1 Calibración de los ensayos a fuego

En ensayos a fuego, debido a la fuerte influencia de la llama en las condiciones de medida, son necesarios algunos procesados adicionales de la señal obtenida para conseguir una correcta calibración. La metodología para la corrección de los efectos indeseados de la llama sobre la calibración de la temperatura superficial de la muestra es explicada en profundidad en las sección siguientes.

5.4 Corrección de la deriva térmica durante ensayos a fuego

La fuerte radiación procedente de la llama causa el cambio en la temperatura del sistema de medida (encapsulado, sistema óptico, detectores, electrónica), especialmente el que mide el lado de la llama. Este calentamiento gradual incrementa el nivel de señal base de la medida (y por tanto del offset) y puede introducir errores de calibración de decenas de grados. Al producirse durante el desarrollo del ensayo a fuego, no se puede acceder al recinto del ensayo ni pueden tomarse referencias para estimar la variación del offset. En nuestro caso, este efecto es corregido mediante la elección de unos pocos píxeles que enfocan “fondo frío” (no calentado por la llama), tal que su temperatura real no cambia durante el ensayo y, su valor digital está solamente afectado por los cambios en el offset. La evolución del valor medio de estos píxeles de fondo a lo largo de la quema proporciona un valor de la deriva relacionada con el calentamiento del sistema y es sustraído a la imagen completa, para cada banda de la secuencia.

5.5 Software de procesado

El posprocesado realizado con los datos adquiridos se realiza en software específico para el análisis de imagen, principalmente ENVI [73] y Matlab [74].

Se ha desarrollado un software basado en una interfaz gráfica programada en MATLAB en la que se integran todos los procesados habituales, entre los que se encuentran los comentados en este capítulo. Este software permite gestionar de forma automática las imágenes y sus encabezados con la información para que cualquier usuario, independientemente de su nivel de manejo en MATLAB y de sus conocimientos de los procedimientos de procesado, pueda ejecutarlos en cualquier tipo de imagen. El programa está estructurado de forma modular, de tal modo que es muy sencillo incorporar nuevas funcionalidades o actualizar las ya existentes sin influir o cambiar el funcionamiento general del programa o de otras funcionalidades. A este desarrollo software se le ha dado el nombre de MATLIR (de MATLAB + Laboratorio de infrarrojos).

5.6 Filtrado espectral de la llama

La medida no intrusiva de temperatura durante ensayos a fuego ha sido previamente estudiada por Meléndez et al. [77]. En este trabajo la termografía IR se demostró especialmente útil para la medida de superficies sólidas sometidas a fuego, debido a su rápida respuesta, su resolución espacial, su fácil implementación y, sobre todo,

por su naturaleza no intrusiva, que, en contraste con los termopares, no altera las condiciones de la llama. Sin embargo, presenta también algunos problemas. Cuando una cámara IR mide una placa a través de una llama, la llama tiene dos efectos en la radiación que llega a la cámara: la reduce, debido a la absorción de la emisión de la placa, y la incrementa, debido a la emisión de la llama. Esta incertidumbre puede ser minimizada utilizando una banda espectral fuera de las bandas de emisión y absorción del CO_2 y el H_2O (que son los principales componentes liberados en las reacciones de combustión), resultando en imágenes térmicas relativamente libres de los efectos de la llama. Para ello se ha colocado un filtro óptico delante del detector IR. El perfil de transmitancia espectral del filtro utilizado (centrado en 9585 nm con un ancho de 935 nm) se presenta junto a los perfiles de emisión del CO_2 y el H_2O a 1100 K en la Figura 5.4.

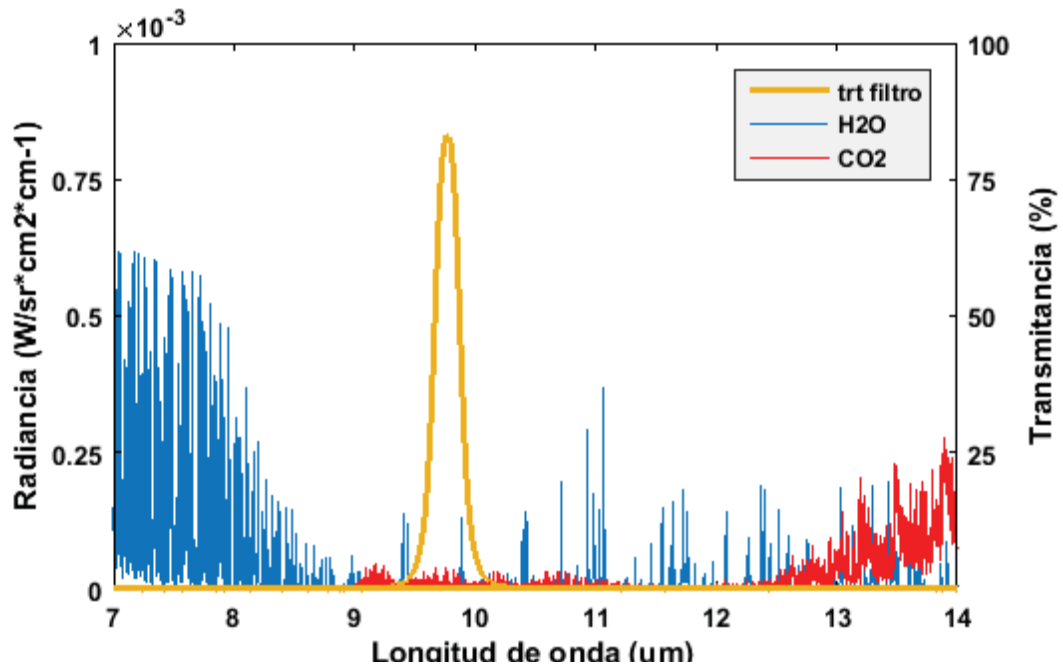


Figura 5.4: Transmitancia del filtro óptico de llama utilizado frente a los perfiles de emisión del CO_2 y el H_2O a 1100 K .

Este filtrado espectral se ha implementado en la cámara que mide la cara de la llama de nuestro montaje. El efecto del filtrado espectral de la llama realizado se ejemplifica en la Figura 5.5, donde se midió la llama impactando contra una placa, frente a un fondo frío, con y sin el filtro óptico espectral.

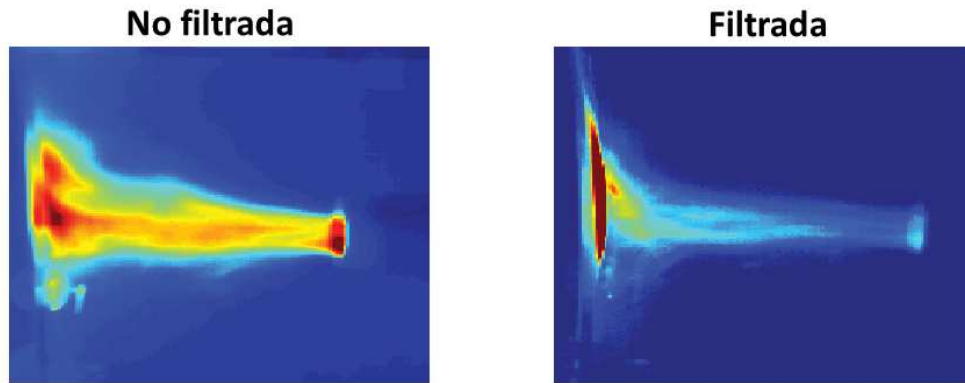


Figura 5.5: Ejemplo del efecto del filtrado óptico espectral de la llama realizado.

5.7 Filtrado digital de la llama

A pesar del notable efecto del filtrado espectral mostrado en la sección 5.6, la llama es demasiado energética para ser eliminada completamente. Por este motivo ha sido implementada una nueva etapa de filtrado con procesamiento digital. Este procesamiento va a asumir que los cambios de temperatura de la muestra están limitados al rango de bajas frecuencias, mientras que el rango de frecuencia de las fluctuaciones de la llama es mayor. Esta es una suposición razonable debido a la gran inercia térmica en el sólido, y se establece cuantitativamente en la Figura 5.6, donde se presenta la amplitud de la transformada de Fourier de la señal de radiancia frente al tiempo en la cara de la llama, para los 100 s iniciales del ensayo a fuego. Se representa en tres puntos diferentes: en la región donde las temperaturas de la placa son más altas (punto 1 en la imagen 0 Hz de la Figura 5.7); en un punto de la placa alejado de la llama (punto 2 en la imagen 0 Hz de la Figura 5.7); y en un píxel donde la llama es medida frente a un fondo frío, es decir, no hay contribución de la placa (punto 3 en la imagen 0 Hz de la Figura 5.7). La frecuencia máxima es 5 Hz en concordancia con la frecuencia de Nyquist para la frecuencia de adquisición de 10 bandas por segundo. El paso de frecuencia es $1 \cdot 10^{-3}$ Hz . Los valores más altos para todas las frecuencias se corresponden con el punto de la región más caliente donde la incidencia de la llama es mayor. Por otro lado, hay un cruce entre los otros dos puntos: el decaimiento a altas frecuencias es más pronunciado en el punto que está alejado de la llama, mientras que en el punto de llama pura, el espectro de frecuencias es prácticamente plano. Con estos resultados se puede concluir que la información relativa al calentamiento de la placa se encuentra principalmente a frecuencias bajas, mientras que las componentes de altas frecuencias a partir de un cierto valor pueden ser atribuidas a la llama, probablemente debidas a fluctuaciones de la combustión o rachas de viento.

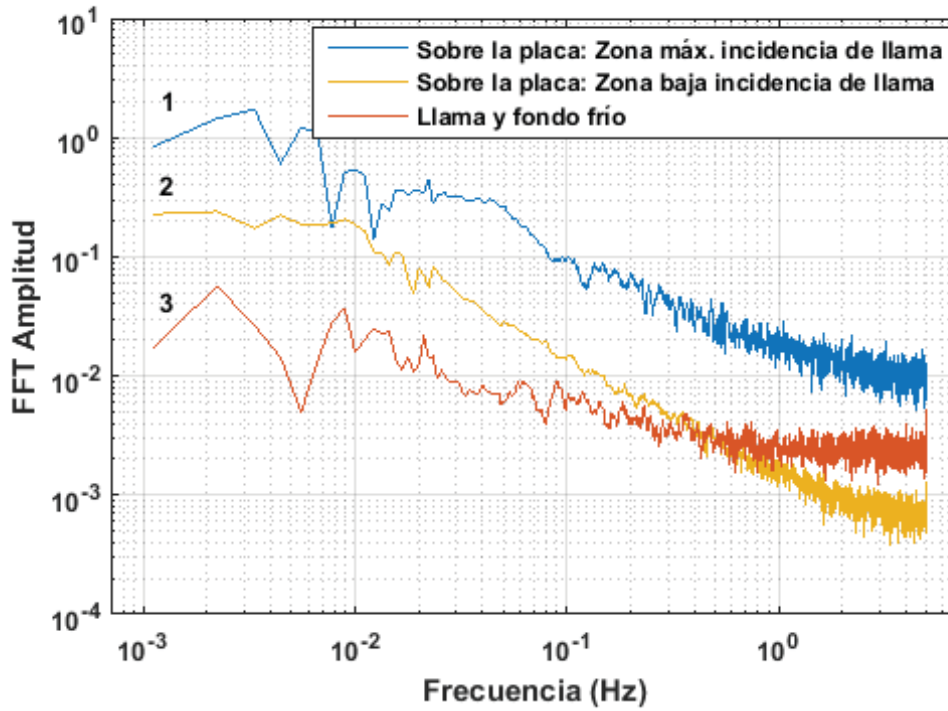


Figura 5.6: Representación de la distribución en frecuencia de tres regiones durante una quema con diferente información de la llama y la placa. La frecuencia máxima es 5 Hz , el paso de frecuencia es $1 \cdot 10^{-3} \text{ Hz}$.

En la Figura 5.7 se presentan imágenes correspondientes a diferentes componentes de frecuencia de la transformada de Fourier de la secuencia de la quema en la cara de llama frente al tiempo. La primera es la imagen de continua (0 Hz), que muestra la radiancia media durante el ensayo completo. Las irregularidades de la placa se ven suavizadas y se visualiza la llama en la región centro derecha donde la llama no impacta directamente con la placa pero el camino óptico del píxel sí la atraviesa antes de la placa. En contraste, la frecuencia 0.001 Hz enfatiza las características superficiales de la placa y elimina completamente la llama. Por encima de la frecuencia 0.2 Hz la información de la placa prácticamente es nula.

Consecuentemente, a altas frecuencias debería existir una aportación predominante de la llama. A modo de comprobación se presenta la Figura 5.8 donde se muestra la imagen de frecuencia 5 Hz , la máxima del análisis FFT (*Fast Fourier Transform*) realizado sobre toda la secuencia de la quema, y donde se observa la señal preponderante de la llama.

Ya que las componentes de alta frecuencia se pueden atribuir prácticamente por completo a la llama y a partir de 0.2 Hz la información relativa al calentamiento de la placa es nula, se ha diseñado un filtro paso bajo con un corte brusco en 0.2 Hz . La respuesta en frecuencia del filtro diseñado se presenta en la Figura 5.9.

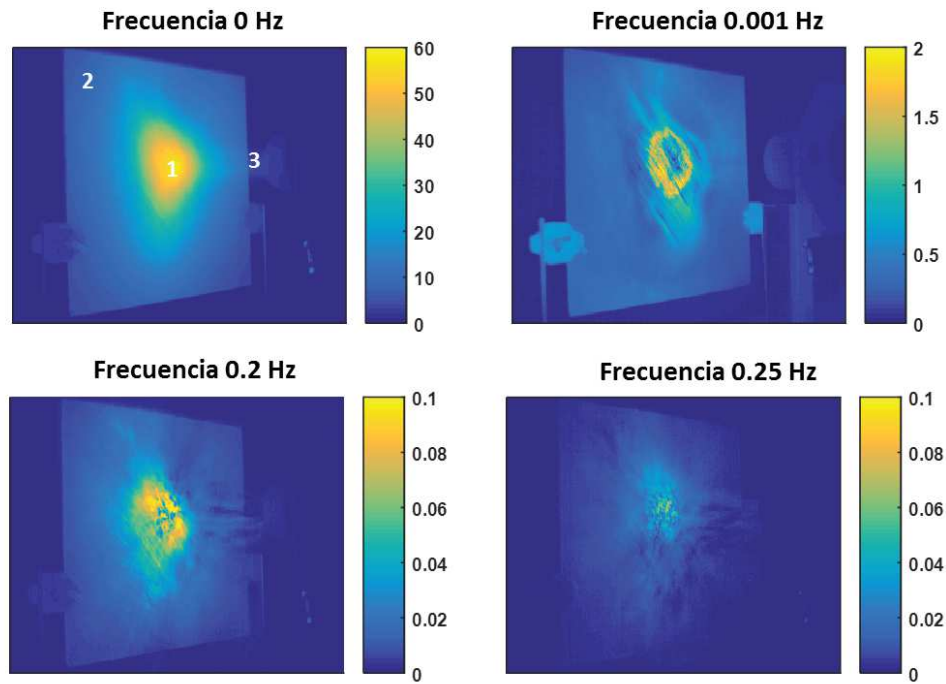


Figura 5.7: Imágenes a diferentes frecuencias producto de la FFT aplicada a toda la secuencia de una quema. Se observa la diferencia de información relativa a la placa y a la llama en función de la frecuencia. La frecuencia máxima es 5 Hz , el paso de frecuencia es $1 \cdot 10^{-3}\text{ Hz}$. La posición de los puntos representados en la Figura 5.6 está indicada en la primera imagen.

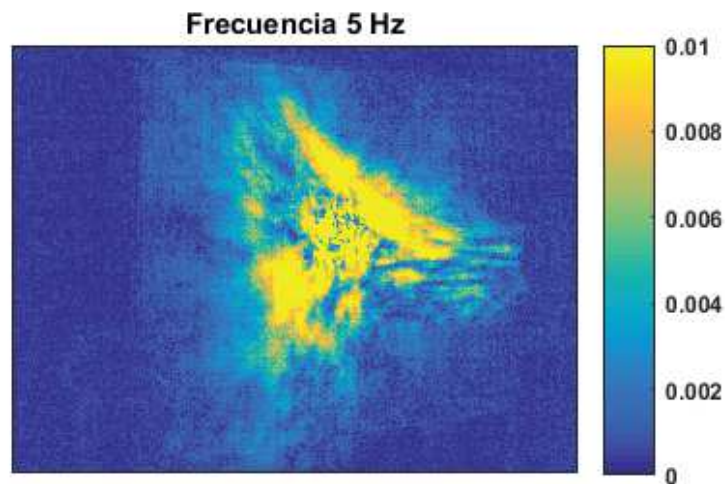


Figura 5.8: Imagen de frecuencia 5 Hz , la máxima del análisis FFT realizado sobre toda la secuencia de la quema, y donde se observa la señal preponderante de la llama.

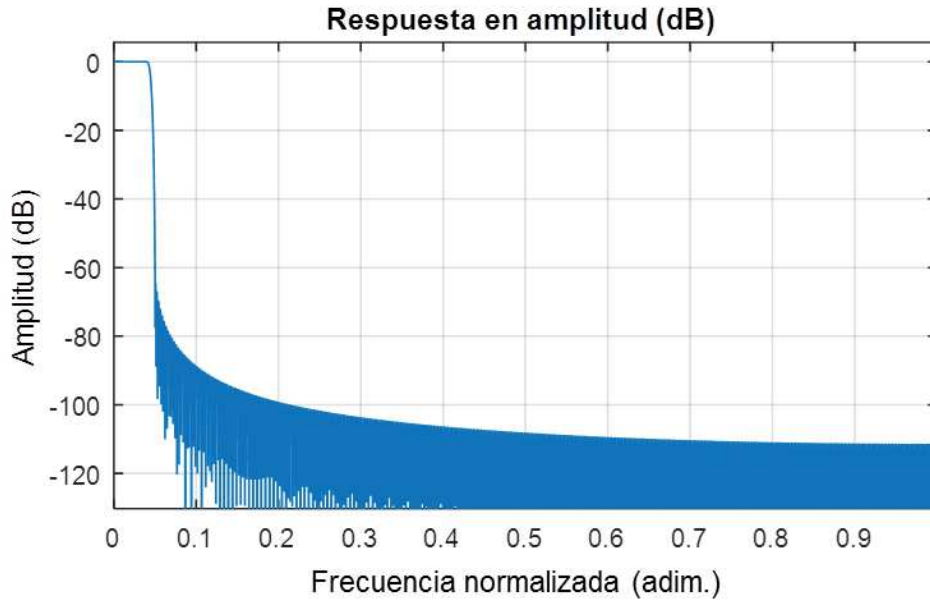


Figura 5.9: Respuesta en frecuencia de la amplitud del filtro diseñado para el filtrado de llama. Frecuencia de corte 0.2 Hz .

Tras el filtrado paso bajo gran parte de las componentes de la llama son eliminadas, no obstante la componente de continua de la llama, claramente visible en la imagen de 0 Hz de la Figura 5.7, aún debe ser eliminada. Este nivel de continua puede estimarse mediante los repentinos aumento y caída en radiancia cuando el quemador es encendido y apagado. Debido a la rapidez de estos procesos, prácticamente la totalidad de la variación de radiancia medida en estos instantes ha de ser debida a la aparición y desaparición de la llama. Dos imágenes en radiancia de la llama (ver Figura 5.10) son obtenidas como:

- $L_{llama\ ini}(x, y)$ la diferencia entre la media de las tres primeras imágenes adquiridas con el quemador encendido y la imagen antes del encendido.
- $L_{llama\ fin}(x, y)$ la diferencia entre la media de las veinte últimas imágenes con el quemador encendido y la primera con el quemador apagado.

La media de las imágenes con el quemador encendido se realiza para conseguir unas imágenes de llama más representativas del estado medio tras el encendido y antes del apagado, y que no contenga las patrones concretos de la posición de la llama o estado de la probeta en una instante concreto.

Como se puede observar en la Figura 5.10, las imágenes de encendido y apagado de llama son diferentes: la imagen de llama obtenida en el apagado es algo más energética. La posible evolución de la intensidad de la llama a lo largo de la quema se estudio en la Figura 5.11. El gráfico de la izquierda en la Figura 5.11 representa

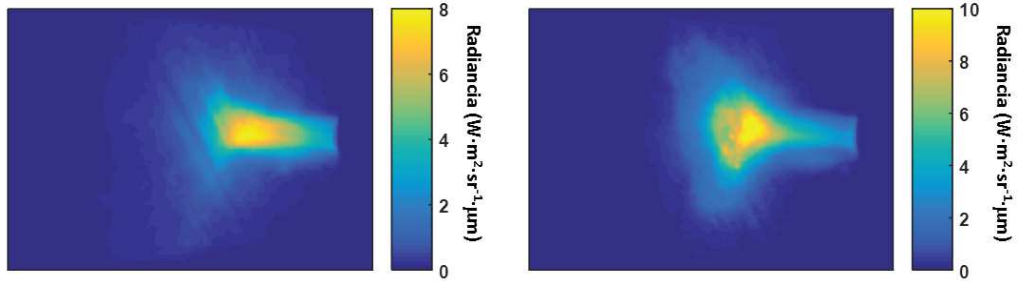


Figura 5.10: Izquierda: Imagen obtenida del encendido de llama. Derecha: Imagen obtenida del apagado de llama. Ambas imágenes se utilizan para eliminar la componente de frecuencia continua de la llama, no eliminada en la etapa de filtrado óptico espectral.

la radiancia media y normalizada de varios píxeles que enfocan llama a la salida del quemador con fondo frío, es decir miden únicamente información relativa a la llama. Se puede observar que el perfil está sometido a un aumento de la radiancia casi instantáneo en el encendido de la llama. Sin embargo, una vez encendida la llama sigue aumentando su temperatura durante un periodo de aproximadamente 150 s, momento a partir del cual se estabiliza en un valor prácticamente constante. Este hecho encuentra explicación en que al inicio de la quema la muestra se encuentra fría y, al calentarse por efecto de la llama, en el proceso de alcanzar el estado estacionario genera un efecto de sumidero del calor, enfriando la llama en comparación con el estado estacionario.

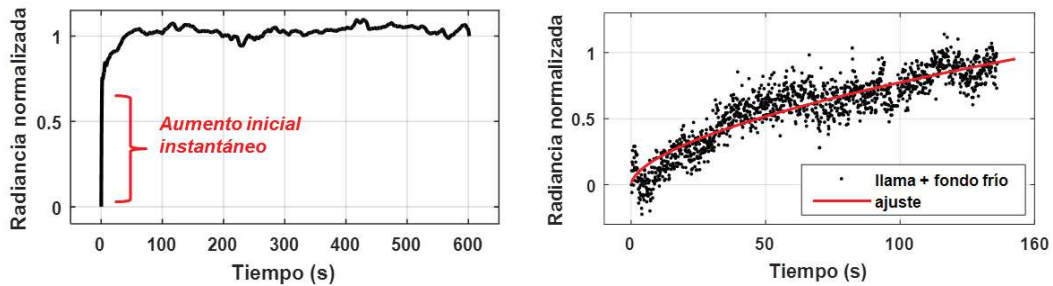


Figura 5.11: Evolución durante la quema de la media de un conjunto de píxeles enfocando una región de llama a la salida del quemador y fondo frío (no calentado por la llama).

Para corregir este efecto, se ha generado un factor de ponderación entre la llama de encendido y la de apagado:

$$L_{llama}(x, y) = L_{llama\,ini}(x, y) \cdot (1 - f) + L_{llama\,fin}(x, y) \cdot f \quad (5.6)$$

Donde f se obtiene como la función de ajuste del perfil de la Figura 5.11 derecha,

que comienza en el instante después de la subida brusca ocasionada por el encendido de la llama y finaliza en la estabilización del perfil de llama y fondo frío a unos 150 s, y toma valores entre 0 y 1, de modo que genera una imagen de llama que inicialmente está formada completamente por la imagen de encendido, hasta acabar con una imagen de llama formada sólo por la de apagado. En la Figura 5.12 se presenta el resultado del filtrado digital realizado para los instantes 30 s y 200 s. Se puede observar que en las imágenes filtradas no se aprecia ningún efecto de llama. En la región de aplicación directa de llama, gracias al filtrado, se observan más características propias de la muestra y de su degradación por efecto de la quema. En la región del centro derecha, donde la llama no impacta directamente pero el camino óptico del píxel hasta la muestra sí la atraviesa, se elimina el efecto doble de emisión y absorción de la llama.

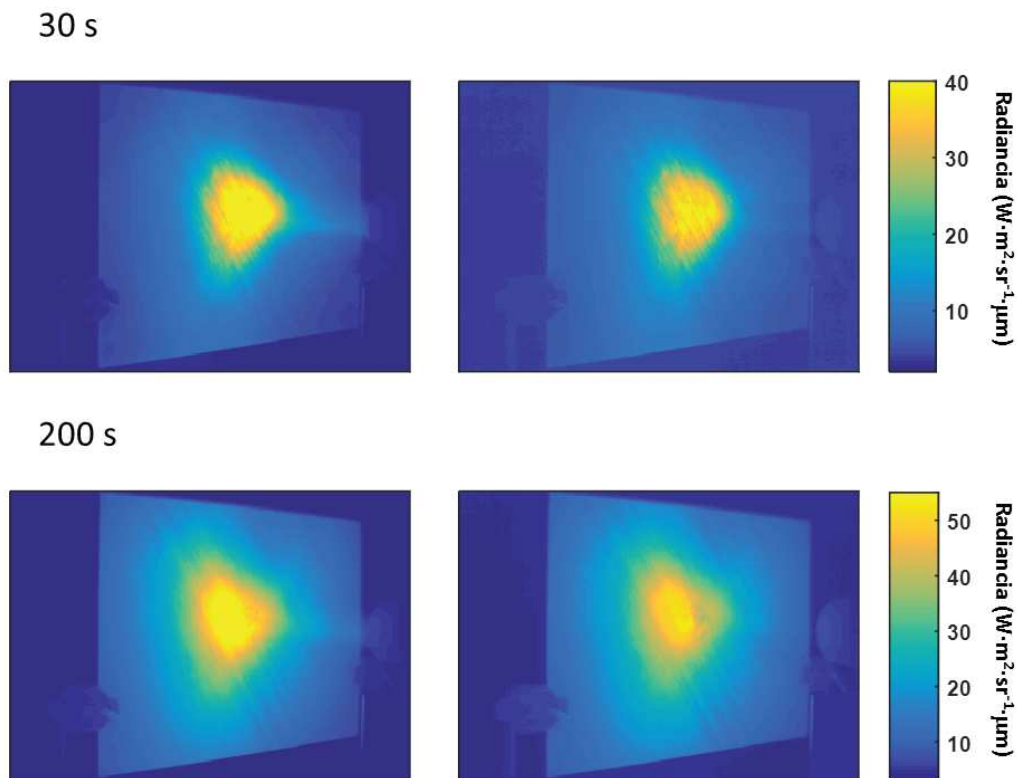


Figura 5.12: Ejemplo para dos instantes de la quema del efecto del filtrado digital de la llama realizado (derecha) comparado con la imagen correspondiente no filtrada (izquierda).

5.8 Incertidumbre en la obtención de temperatura a través de la llama

A pesar de que en la Figura 5.12 no se observan trazas de la llama tras realizar el proceso de filtrado, conviene evaluar cuantitativamente sus resultados. Con este objeto, se ha realizado un experimento colocando un cuerpo negro con una temperatura fija de 400°C tras una llama. Durante el experimento la llama impacta en una fina lámina de metal para replicar la turbulencia generada cuando la llama golpea la muestra de CFRP (el montaje es parecido al de la Figura 5.5). El cuerpo negro detrás de la llama es un SBIR 400 Series con una superficie de emisión lambertiana de $100 \times 100 \text{ mm}^2$, una emisividad de 0.94 en la banda espectral de medida, y una estabilidad de $\pm 0,3^{\circ}\text{C}$.

La Figura 5.13 muestra la evolución de la temperatura frente al tiempo del cuerpo negro tras la llama, obtenida con diferentes niveles de procesado para el filtrado de llama. Los datos se han obtenido para la región en el centro de el cuerpo negro, muestreado a 30 Hz para cada perfil. La línea rayada azul se corresponde con el resultado para una medida de termografía estándar sin ningún filtrado. La línea roja punteada es el resultado de la medida con el filtrado óptico en 9585 nm (ver la sección 5.6). Finalmente, la línea solida negra es para el resultado del filtrado doble, óptico y software. Los perfiles con filtrado óptico (rojo y negro) y sin él (azul) pertenecen a experimentos diferentes, ya que el montaje de la cámara es diferente. Analizando la figura se puede ver la reducción de incertidumbre con cada nivel de filtrado.

En la Tabla 5.1 se presenta un análisis más cuantitativo. Se muestran los valores de temperatura media y de desviación estándar de los perfiles de la Figura 5.13 antes y después de que la llama fuera encendida. En la medida de termografía clásica se observa un exceso de la temperatura medida mayor de 60°C . Este error es reducido aproximadamente a la mitad por medio del filtrado óptico, aunque el ruido aumenta desde $\pm 6^{\circ}\text{C}$ a $\pm 9^{\circ}\text{C}$. Se entiende que esto es debido a el decrecimiento de la señal causado por la presencia del filtro estrecho. Después de proceso de filtrado completo, la media de la temperatura medida es 1°C inferior a la temperatura del cuerpo negro, con una desviación estándar de $\pm 5^{\circ}\text{C}$.

La eliminación de llama se ha mostrado como una de las claves para la posterior etapa de obtención de características de las quemas *in-situ*, modelado y caracterización. Además da una muestra evidente de la prestaciones y versatilidad de la imagen IR para la solución de este problema.

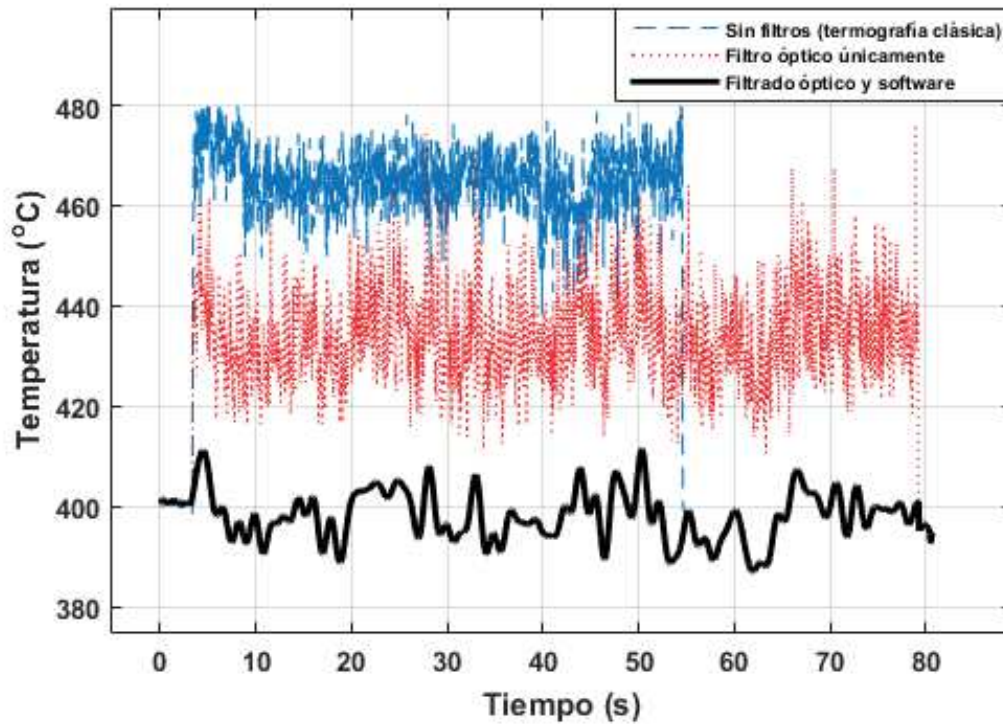


Figura 5.13: Perfiles de temperatura para un cuerpo negro visto a través de una llama con diferentes niveles de procesado para el filtrado de llama. La línea rayada azul se corresponde con el resultado para una medida de termografía estándar sin ningún filtrado. La línea roja punteada es el resultado de la medida con el filtrado óptico en 9585 nm. La línea solida negra es para el resultado del filtrado doble óptico y digital.

Tabla 5.1: Temperatura medida y desviación estándar de los perfiles de la Figura 5.13 antes y después de que la llama fuera encendida. Los resultados antes de que la llama fuera encendida se corresponden a los primeros 3 s del perfil (90 imágenes); los datos para la llama encendida pertenecen a los perfiles desde $t = 4$ s hasta $t = 50$ s (aproximadamente 1500 imágenes).

	Sin filtrado (Termografía clásica)	Sólo filtrado óptico	Filtrado óptico y digital
Antes del encendido de la llama	$400,14 \pm 0,04^{\circ}C$	$400,8 \pm 0,3^{\circ}C$	$400,8 \pm 0,3^{\circ}C$
Con la llama encendida	$465 \pm 6^{\circ}C$	$434 \pm 9^{\circ}C$	$399 \pm 5^{\circ}C$

5.9 Georeferenciación

Finalmente, tras la etapa de calibración y eliminación de llama se procede a la georeferenciación de las imágenes de cara de la llama y cara trasera. De este modo las imágenes de las secuencias de ambas caras quedan posicionadas con una localización única y definida por un sistema de coordenadas. Para la georeferenciación se utilizan como puntos de control las esquinas de la probeta, tomando una de ellas como origen de coordenadas, introduciendo las distancias entre esta esquina y el resto, e introduciendo el tamaño del píxel en el campo objeto de las cámara. Este procedimiento ha sido realizado mediante funciones del software ENVI [73].

5.10 Medida de la emisividad de materiales compuestos quemados y no quemados

La medida de temperatura con termografía no es posible sin el conocimiento de la emisividad de la superficie del objeto medido (ver sección 3.2.4). Debido a que el valor de emisividad de la superficie de un objeto depende de muchos parámetros como el tipo de material, las condiciones superficiales, el ángulo o la longitud de onda (ver sección 3.2.6), es recomendable realizar una medida de emisividad para cada muestra específica. Existen varias técnicas para la medida de la emisividad de objetos opacos. En este trabajo se utiliza el método basado en un emisor de referencia, donde un material de emisividad conocida ($\varepsilon_{ref.}$) es adherido a la superficie del objeto que se quiere medir, de modo que ambos (referencia y objeto) estén a la misma temperatura.

Para un objeto opaco a una temperatura T_{objeto} , la radiancia ($L_{medida} [W \cdot m^{-2} \cdot sr^{-1}]$) medida por una cámara IR es:

$$L_{medida} = \varepsilon_{obj} L^{CN}(T_{objeto}) + (1 - \varepsilon) L^{CN}(T_{fondo}) \quad (5.7)$$

Donde $\varepsilon L(T_{objeto})$ es la radiancia emitida por el objeto, y $(1 - \varepsilon) L(T_{fondo})$ es la radiancia del ambiente reflejada por el objeto. Como se observa en la ecuación 5.7 la radiancia del objeto depende de la emisividad y la temperatura del objeto. La ecuación 5.7 puede resolverse para la radiancia del objeto como:

$$L^{CN}(T_{objeto}) = \frac{L_{mo} - (1 - \varepsilon_{obj}) L^{CN}(T_{fondo})}{\varepsilon_{obj}} \quad (5.8)$$

siendo L_{mo} la radiancia medida por la cámara para el objeto.

Análogamente,

$$L^{CN}(T_{referencia}) = \frac{L_{mr} - (1 - \varepsilon_{ref})L^{CN}(T_{fondo})}{\varepsilon_{ref}} \quad (5.9)$$

Siendo L_{mr} la radiancia medida por la cámara para la referencia. Como $T_{referencia} = T_{objeto}$, $L^{CN}(T_{referencia}) = L^{CN}(T_{objeto})$ y restando ambas ecuaciones llegamos a:

$$\varepsilon_{obj.} = \frac{L_{mo} - L_{mf}}{L_{mr} - L_{mf}} \varepsilon_{ref}. \quad (5.10)$$

Ecuación que nos permite obtener la emisividad del objeto conocida la de la referencia, siendo L_{mf} la radiancia medida para el fondo, $L_{mf} = L^{CN}(T_{fondo})$ siempre que la temperatura del objeto y fondo sean diferentes.

5.10.1 Incertidumbre en la medida de la emisividad

Mediante la aplicación del método de la raíz de la suma de los errores parciales al cuadrado sobre la ecuación 5.10, se puede determinar la incertidumbre en la medida de emisividad con un emisor de referencia:

$$\Delta\varepsilon_{obj.} = \sqrt{\left(\Delta L_{mo} \frac{\partial \varepsilon_{obj.}}{\partial L_{mo}}\right)^2 + \left(\Delta L_{mr} \frac{\partial \varepsilon_{obj.}}{\partial L_{mr}}\right)^2 + \left(\Delta L_{mf} \frac{\partial \varepsilon_{obj.}}{\partial L_{mf}}\right)^2 + \left(\Delta \varepsilon_{ref.} \frac{\partial \varepsilon_{obj.}}{\partial \varepsilon_{ref.}}\right)^2} \quad (5.11)$$

donde $\Delta\varepsilon_{obj.}$ es el error en el cálculo de la emisividad del objeto debido a la acumulación de los errores en la medida de la radiancia del objeto, la referencia y el fondo, y el error en la medida de la emisividad de la referencia. ΔL de la cámara será el mismo para todas las medidas, por lo que desarrollando las derivadas parciales y reordenando la ecuación 5.11 para obtener el error relativo, se obtiene la siguiente ecuación [78]:

$$\frac{\Delta\varepsilon_{obj.}}{\varepsilon_{obj.}} = \sqrt{\left(\frac{\Delta\varepsilon_{ref.}}{\varepsilon_{ref.}}\right)^2 + 2\Delta L^2 \left(\frac{1}{(L_{mo} - L_{mf})^2} + \frac{1}{(L_{mr} - L_{mf})^2}\right)} \quad (5.12)$$

Analizando la ecuación 5.12 se obtienen las siguientes conclusiones:

- A mayor diferencia entre la emisión del fondo y el objeto, menor error.
- A mayor diferencia entre la emisión del fondo y la referencia, menor error.
- A mayor valor de la emisividad de la referencia, menor error.
- A menor incertidumbre en la medida de radiancia y en la medida de la emisividad de la referencia, menor error.

5.10.2 Procedimiento experimental y resultados de la medida de emisividad

En el procedimiento empleado (ver [Apéndice A: Procedimientos](#)) se utiliza como referencia de emisividad conocida una cinta de aislamiento eléctrico de alta emisividad modelo *3M Scotch Super 88 vinyl*; en [78] se define su emisividad como $\varepsilon = 0,95 \pm 0,05$. El calentamiento se ha realizado mediante una manta térmica *WATLOW silicon rubber heater L200220C2*, típica para el tratamiento térmico de los CFRP. El calentamiento se ha realizado de forma homogénea por una de las caras de la muestra, mientras la otra cara es monitorizada con la cámara IR sintonizada en la región espectral específica utilizada para los ensayos a fuego. El incremento de temperatura entre el fondo y la muestra ha sido de 40 K (ambiente fijo a 20 °C, muestra 60 °C). La cámara utilizada tiene una precisión de $\pm 2\%$ sobre la medida de temperatura en K. Estos datos proporcionan una incertidumbre del 6 % en la medida de la emisividad calculada con 5.12. La medida de la emisividad sobre las muestras quemadas han proporcionado un valor de $0,94 \pm 0,06$, la repetición sistemática de las medidas en la misma muestra han proporcionado una dispersión de $\pm 0,02$.

El procedimiento experimental es más complejo cuando la muestra está quemada. La degradación del material por efecto del fuego varía a lo largo de la muestra, y de forma similar también varía la transmisión del calor a través del espesor; por lo tanto, no puede obtenerse un calentamiento homogéneo. Además, la muestra está ligeramente doblada tras la quema, lo que incrementa la no uniformidad en el calentamiento de la superficie. Para minimizar este inconveniente, ha sido necesario situar la referencia cerca de la superficie medida para asegurar la misma temperatura entre objeto y referencia. Se espera que la emisividad tenga alguna no uniformidad, especialmente en la cara expuesta a la llama, ya que la superficie de la muestra quemada tiene regiones con diferentes cantidades de carbonilla procedente de la degradación del polímero durante la quema, o depósitos de hollín procedente de partículas no quemadas de la llama; según [79] la emisividad del hollín en un sustrato varía en función del espesor del depósito. Estos factores resultan en una dispersión significativa: se han obtenido resultados en diferentes medidas de emisividad entre 0.95 a valores ligeramente superiores a 1 (obviamente erróneos). Finalmente, para el CFRP con matriz de epoxi utilizado en la mayoría de resultados expuestos durante este documento, se ha elegido el valor de 0.99 para la emisividad del material quemado. No obstante, la incertidumbre en ε no tiene gran impacto en la temperatura recuperada: en el ancho de banda de operación de la cámara, una calibración utilizando $\varepsilon = 0,95$, se diferencia en la temperatura recuperada en $\sim 2\%$ a 1000 K respecto a utilizar $\varepsilon = 0,99$.

El efecto del ángulo de emisión también se ha estudiado mediante experimentos con diferentes ángulos de visión de la cámara (0° (perpendicular), 30° , 45° y 60°). La medida a 30° no muestra cambios apreciables comparada con la de 0° . Para ángulos de visión de 45° y 60° se ha medido una reducción de $\sim 5\%$ en ε . En el montaje de los experimentos a fuego realizados siempre se mantienen ambas cámaras situadas con ángulos menores a 30° respecto a la superficie de la muestra.

Estudio de la temperatura durante los ensayos a fuego

Como se explicó en el capítulo 5, el producto final de nuestro sistema de adquisición y de la metodología para eliminar los efectos de la llama es una secuencia con los mapas de temperatura simultáneos por ambas caras durante todo el ensayo a fuego. Esto hace posible estudiar y comparar la evolución de la temperatura en cualquier región de la muestra.

A continuación se presentan los resultados de las medidas realizadas sobre el ensayo a fuego de una placa plana de resina epoxi reforzada con láminas de fibra de carbono. La placa tiene doce capas, todas orientadas a 45° respecto a los bordes. Las dimensiones de la placa son $300 \times 440 \times 2,4 \text{ mm}^3$. El ensayo a fuego duró 10 minutos, se utilizó un quemador de gasoil a una escala inferior al definido en la norma ISO2685:1998 [10] y no calibrado; el quemador se situó a 200 mm entre el borde de la bocacha del quemador y la superficie de placa (situada en posición vertical).

6.1 Estudio termográfico del ensayo a fuego

En la Figura 6.1 se muestran varias imágenes de temperatura durante el ensayo a fuego obtenidas tras todo el proceso de adquisición y procesado, en diferentes tiempos, para las dos caras de la muestra. Las escalas de color para la cara donde impacta la llama y la cara trasera se han fijado por separado, utilizando el criterio de barrer

todo el rango de temperaturas de cada cara y a la vez maximizar el contraste térmico para los instantes seleccionados.

En la cara de llama se observa que la región más caliente es la del centro de la muestra, que se corresponde con la zona de impacto directo de la llama. A los 30 s hay regiones que ya han superado los $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ en la cara de la llama, y tras 75 s la cara de llama parece haber alcanzado un mapa térmico que se mantiene prácticamente estable hasta el final del ensayo. En la cara fría se observa que tras 30 s la región central (la más calentada por la llama en la cara opuesta) es la más caliente, con temperaturas en torno a $250\text{ }^{\circ}\text{C}$. Sin embargo, tras 75 s la misma región central aparece más fría que las regiones circundantes (menos calentadas por la llama según la imagen en cara opuesta). Tras 150 s la región central en la cara trasera vuelve a ser la más caliente. Este enfriamiento eventual de la cara trasera en la zona más calentada por la llama en relación a las regiones circundantes indica la presencia de algún tipo de barrera térmica, la cual parece estar relacionada con la aparición de defectos internos debidos a la degradación del material por efecto del fuego y la temperatura.

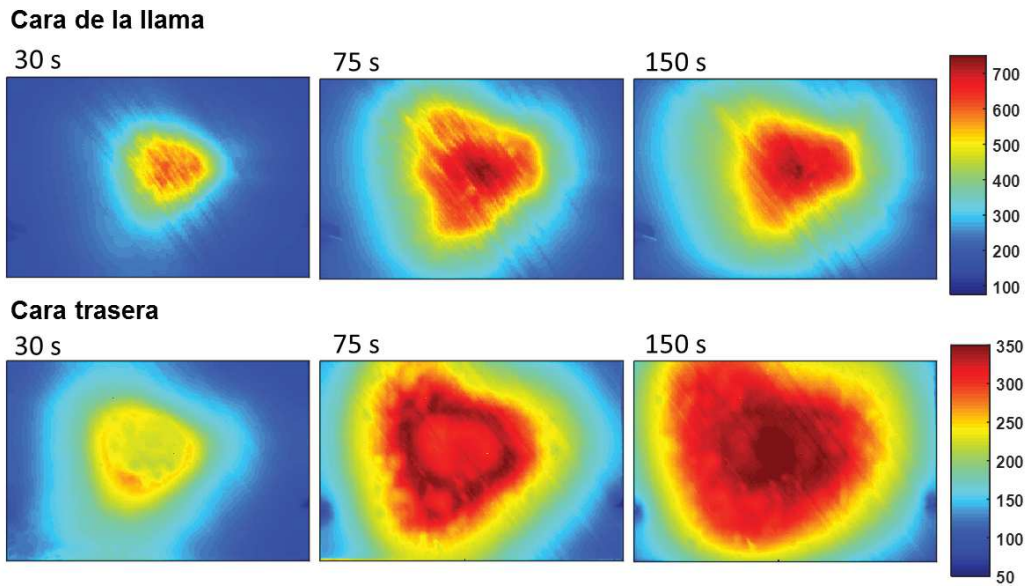


Figura 6.1: Imágenes obtenidas del sistema de dos cámaras a diferentes tiempos seleccionados en las dos caras de una muestra ensayada. El mapa de color está fijo para barrer el rango de temperaturas en cada cara. Escala en $^{\circ}\text{C}$.

Tras aproximadamente 150 s se alcanza un estado estacionario en toda la placa y los mapas de temperaturas permanecen prácticamente invariantes. El estado estacionario se estudia en la Figura 6.2 donde se presentan las imágenes de temperatura media en el intervalo entre 200 s y 600 s. Se observan unas temperaturas medias en el centro de $\sim 650\text{ }^{\circ}\text{C}$ en la cara de la llama y $\sim 350\text{ }^{\circ}\text{C}$ en la cara trasera. La diferencia entre la región central y los bordes ($\approx 150\text{ mm}$) es de $\sim 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ en la cara de la llama y de

$\sim 150^{\circ}\text{C}$ en la cara trasera.

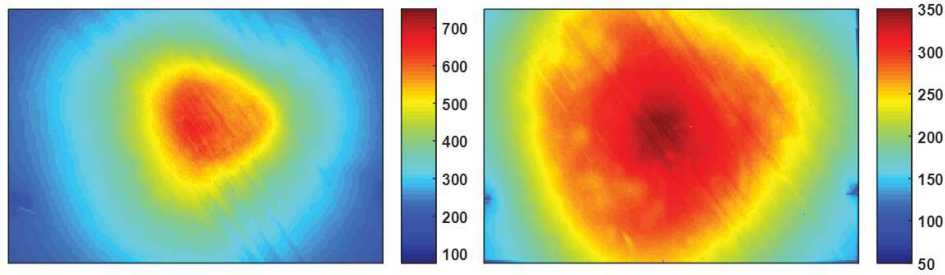


Figura 6.2: Imágenes de temperatura media en el intervalo entre 200 s y 600 s correspondiente al estado estacionario. Izquierda: cara de la llama. Derecha: cara trasera. Escala en $^{\circ}\text{C}$.

En la Figura 6.3 se estudian las isotermas (en intervalos de 50°C) de las imágenes anteriores de temperatura correspondiente al estado estacionario (Figura 6.2). Las isotermas en la cara de la llama están más juntas en el centro que en los bordes, indicando un gradiente de temperaturas más pronunciado en esa región debido al mayor calentamiento de la llama. En la cara fría se observa el efecto contrario, las isotermas se encuentran más separadas en el centro, indicando una homogeneización de la temperatura debida a la dispersión del calor.

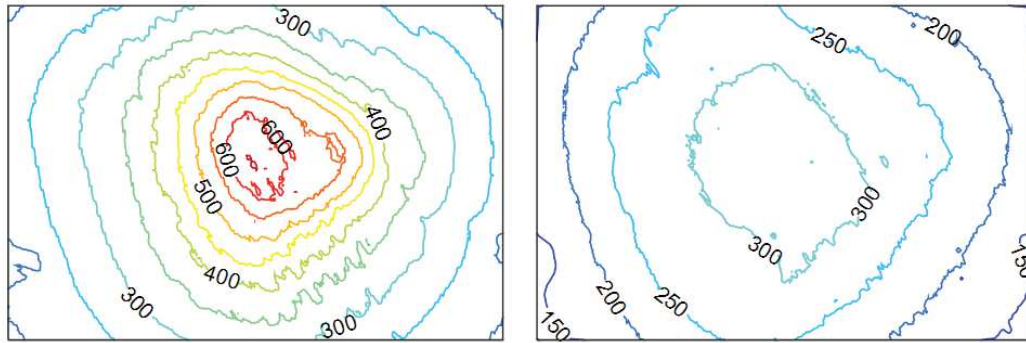


Figura 6.3: Imágenes de líneas isotermas de temperatura en base a la media en el intervalo entre 200 s y 600 s correspondiente al estado estacionario. Izquierda: cara de la llama. Derecha: cara trasera.

En la Figura 6.4 se muestra la imagen resultante de la diferencia entre las imágenes de temperatura del estado estacionario en cara de llama y cara trasera de la Figura 6.2, es decir, el salto térmico entre la cara trasera y delantera. Para el espesor de $2,4\text{ mm}$, se observa un salto térmico en el estado estacionario mayor de 300°C (lo que equivale a un gradiente de $\frac{300^{\circ}\text{C}}{2,4\text{ mm}} = 125^{\circ}\text{C}\cdot\text{mm}^{-1}$) en la región central de la muestra y que disminuye hacia los bordes, donde prácticamente se igualan las temperaturas de ambas caras.

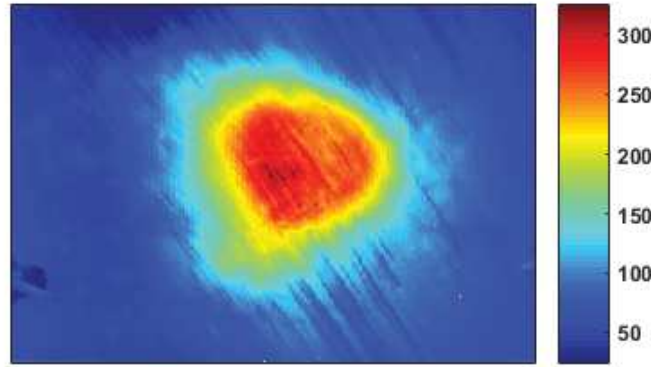


Figura 6.4: Imagen resultante de la diferencia entre las imágenes de temperatura del estado estacionario en el intervalo entre 200s y 600 s de la Figura 6.2. Escala en $^{\circ}C$.

En la Figura 6.5, se muestran las imágenes del percentil 98 % ($T_{98\%}$) en cara caliente y fría a lo largo de toda la quema. $T_{98\%}$ se tomará como imagen de máxima temperatura sin valores anómalos. Se observa que estas imágenes son similares a las imágenes presentadas en la Figura 6.2 para el estado estacionario. La principal diferencia entre ambos resultados se encuentra desde el centro hacia el borde superior izquierdo, donde las imágenes $T_{98\%}$ muestran un calentamiento mayor. Estas diferencias se deben a efectos no estacionarios ocurridos durante la quema como rachas de viento que generan movimientos de la llama.

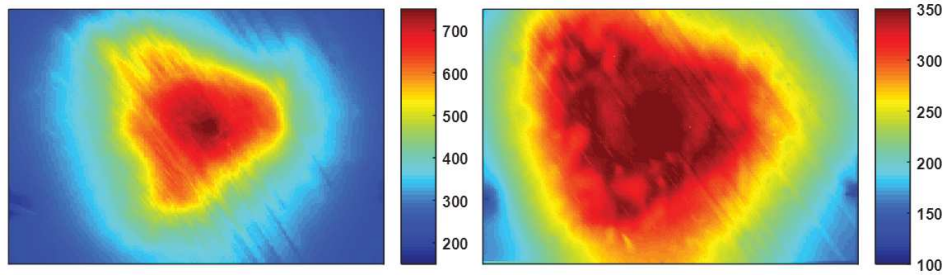


Figura 6.5: Imágenes de $T_{98\%}$ en cara caliente (izquierda) y fría (derecha) a lo largo de toda la quema. Se utiliza como imagen de temperatura máxima sin valores atípicos. Escala en $^{\circ}C$.

En la Figura 6.6 se presenta, en forma de imagen, el tiempo que tarda cada punto de cara fría y caliente en alcanzar el 50 % y el 80 % de la temperatura máxima de la quema. Analizando las imágenes de cara trasera se observa que la zona central invierte su comportamiento, pasando de ser la región que más rápido alcanza el 50 % de la temperatura máxima a retrasar esa tendencia hasta alcanzar más tarde el 80 % de su temperatura máxima que regiones circundantes menos calentadas por la llama. Esto es una señal más (que se añade a lo ya observado en la Figura 6.1), de la

aparición de una barrera térmica generada por un defecto interno producido durante el ensayo.

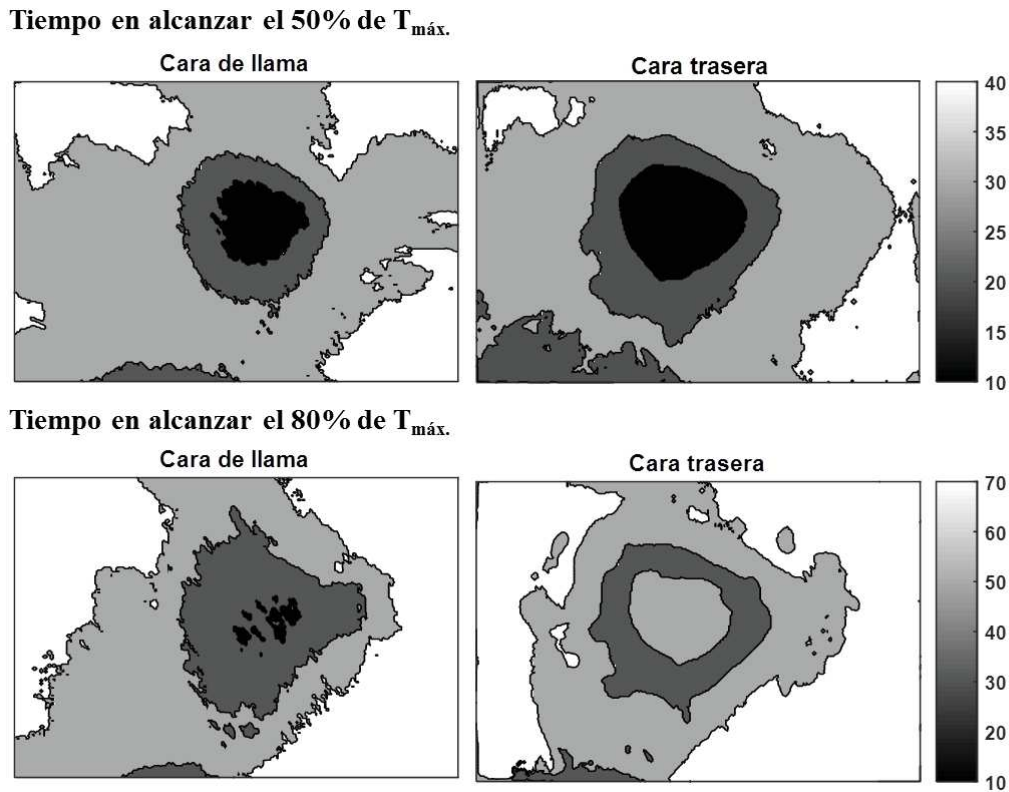


Figura 6.6: Imagen del tiempo que tarda cada punto de cara fría y caliente en alcanzar el 50 % y el 80 % de la temperatura máxima de la quema. La escala está en segundos.

En la Figura 6.7 se representan varios perfiles horizontales, en diferentes instantes de la quema, que pasan por el centro de la muestra. Analizando los perfiles en cara fría de esta figura, encontramos que son similares al principio a los de la cara de la llama, pero desarrollan a partir de cierto momento una zona plana en el centro. Este aplanamiento es otra consecuencia más de la ya comentada generación de un gran defecto interno en el centro de la muestra, que llega a tener un tamaño aproximado de $140 \times 120 \text{ mm}^2$ en su momento de máxima extensión, lo que supone $\approx 12\%$ del área total de la muestra. El origen más probable de este gran defecto es una pérdida en la adherencia entre capas, generándose una delaminación o un vacío. Este tipo de defecto de gran tamaño y centrado en la zona de impacto de la llama, se ha observado en otros ensayos a fuego realizados sobre otras muestras de material compuesto y con distintos polímeros como aglutinante. La repetitividad en la localización y el tamaño de este defecto, contrasta con la aleatoriedad y el menor tamaño de otros defectos observados, que se analizarán en apartados posteriores. Además, otra característica del gran defecto central es que pasados 80 s comienza a remitir.

Nos hemos planteado varias hipótesis en relación a la causa de este gran defecto. La primera es que se produce por diferencias en la dilatación entre el centro de la muestra, más calentado por la llama, y los bordes, más fríos, que generarían un curvado de la muestra fomentando la aparición del defecto central; de igual manera, este efecto puede darse por el calentamiento diferencial entre las capas más cercanas a la cara de la llama y las de la cara trasera. Esta curvatura tendería a desaparecer según la temperatura se fuera homogeneizando en toda la muestra, provocando la desaparición del defecto. La segunda hipótesis se basa en que el defecto se produce por un aumento de la presión interna entre capas por acción de los gases de degradación que se producen cuando la muestra alcanza una determinada temperatura. El defecto se formaría porque los gases no encuentran una vía de escape, y consecuentemente el defecto tendería a desaparecer cuando se produjera alguna rotura que permitiera la salida de estos gases hacia el exterior. Lo más probable es que ambos efectos, y quizás otros no contemplados, ocurran durante el ensayo a fuego, y los resultados obtenidos sean producto de la acción combinada de ambos.

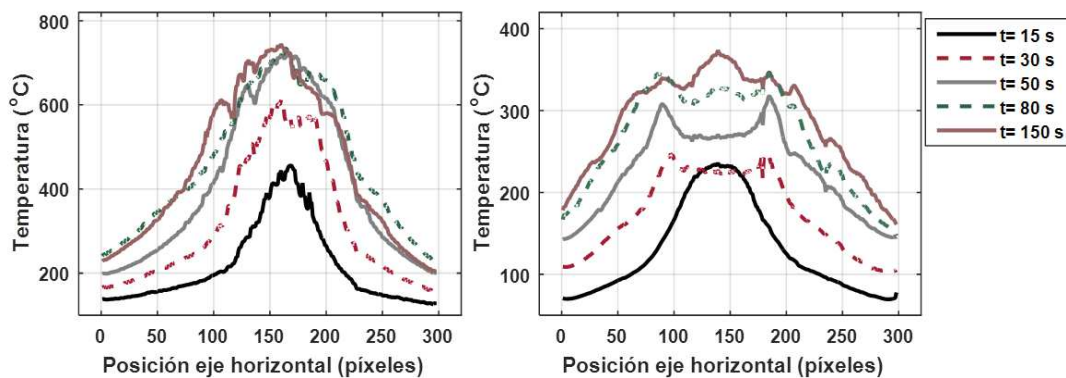


Figura 6.7: Perfiles horizontales en diferentes instantes de la quema que pasan por el centro de la muestra (región más expuesta a llama). Izquierda: cara de llama, derecha: cara trasera.

Analizando las imágenes se ha encontrado que este tipo de enfriamientos bruscos se aprecian también en otras regiones de la muestra, con menor tamaño y diferentes duraciones. Aprovechando el potencial del sistema de medida desarrollado, en la siguiente sección se estudiará esta y otras características del comportamiento térmico de la muestra frente a fuego en forma de perfiles puntuales frente al tiempo.

6.2 Estudio de perfiles de temperatura frente al tiempo

La Figura 6.8 muestra los perfiles de temperatura frente a tiempo en varios puntos, en la cara de la llama (izquierda) y trasera (derecha), para un ensayo a fuego de

10 minutos y una frecuencia de adquisición de 10 Hz . Se observa que el perfil de temperaturas de la cara trasera sigue el patrón del de la cara delantera pero con valores de T menores, con menos ruido y un cierto retraso. En el estado cuasi-estacionario, que se alcanza tras aproximadamente unos 100 s de aplicación de llama, se observa que un salto térmico cercano a 350 $^{\circ}C$ se establece entre ambas caras en el punto más caliente. Durante el estado estacionario suceden algunos cambios de temperatura bruscos, especialmente en la cara expuesta a la llama; observando grabaciones del ensayo con cámaras de video comerciales se ha observado que están relacionados con movimientos de la llama producidos por el efecto de pequeñas rachas de viento.

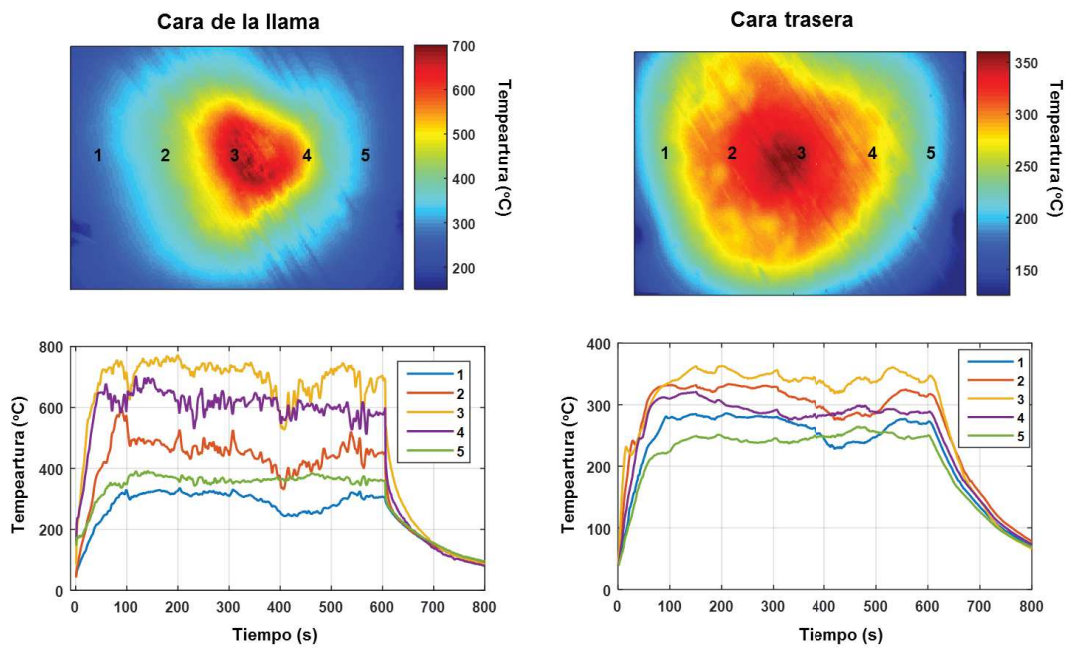


Figura 6.8: Evolución de la temperatura de varios píxeles de la cara expuesta a la llama (izquierda) y los correspondientes píxeles en la cara trasera de la muestra (derecha), obtenido por el sistema de dos cámaras en un ensayo a fuego de 10 minutos. La frecuencia de adquisición es de 10 Hz . Las imágenes arriba se corresponden a $t=200$ s (estado estacionario). Los números indican la región del perfil representado debajo.

Analizando la evolución del incremento de la temperatura de cada cara se observa que no existe retraso entre los puntos más cercanos al centro, zona de impacto directo de la llama, y los perfiles cerca del borde. Esto es un indicio de que las regiones cercanas al borde en la cara caliente también están sometidas a calentamiento directo procedente de la llama, y que principalmente es un calentamiento por radiación y no por conducción en el plano de la placa.

Algunas características interesantes pueden verse en los perfiles de temperatura de la cara trasera durante los instantes iniciales del ensayo. Después de unos segundos

de calentamiento a un ritmo prácticamente constante, un llamativo cambio en la pendiente aparece (hacia valores más bajos) en algunos puntos, o en ocasiones, como en los perfiles 2 y 3, incluso se observa un máximo local de temperatura. Estos cambios de pendiente ocurren en diferentes instantes para cada punto, pero siempre suceden aproximadamente a la misma temperatura, concretamente entre 220-240 °C en la cara trasera.

6.2.1 Correlación de perfiles temporales con imágenes

Cuando correlacionamos con las imágenes IR, es claro que estos cambios de pendiente indican la aparición en la muestra de regiones que están más frías que las de sus alrededores. Esto significa que aparece alguna barrera térmica dentro de la muestra, haciendo estas regiones más aislantes a la transmisión del calor desde la cara de llama hacia la cara trasera. Enmarcando esta observación en la teoría de degradación de los materiales compuestos en condiciones de fuego (ver capítulo 2), estas regiones más frías parecen ser delaminaciones entre capas o vacíos causados por el aumento de la presión interna generada por los gases producto de la descomposición de la matriz polimérica, o debidos a esfuerzos mecánicos generados por la expansión térmica diferencial de la muestra. Estas regiones frías parecen ser versiones a menor escala del gran defecto central estudiado en la parte final de la sección 6.1.

En la Figura 6.9 se muestra, en la parte de arriba, la imagen de cara fría después de 80 s de quema. Este es un instante en el que los efectos de enfriamiento debido a las delaminaciones son más significativos. Las delaminaciones internas aparecen como más frías que sus alrededores, y este efecto es incluso apreciable en el centro de la muestra, donde la energía de la llama es mayor. En la Figura 6.9, abajo, se presentan varios perfiles de la evolución de la temperatura para la etapa inicial de la quema (200 s iniciales). Los puntos del 1 al 3 pertenecen a regiones donde se generaron delaminaciones internas, y sus correspondientes perfiles térmicos tienen marcados cambios de pendiente que producen un enfriamiento abrupto; mientras que un punto fuera de estas regiones (punto 4) no muestra estas características. El enfriamiento debido al efecto de barrera térmica de estas regiones es claramente visible comparando el punto 1 (delaminado y perteneciente al centro de la placa) y el punto 4 (no delaminado y correspondiente a una región más fría fuera del centro), ya que la temperatura en el punto 4 es más alta que en el punto 1 durante ≈ 50 s después de que la delaminación se ha producido.

En la Figura 6.10 se presentan dos perfiles en la cara de la llama y la trasera con delaminaciones claramente visibles en la cara trasera. Se presentan los primeros 200 s del ensayo a fuego a una frecuencia de muestreo de 10 Hz. Los ejes están

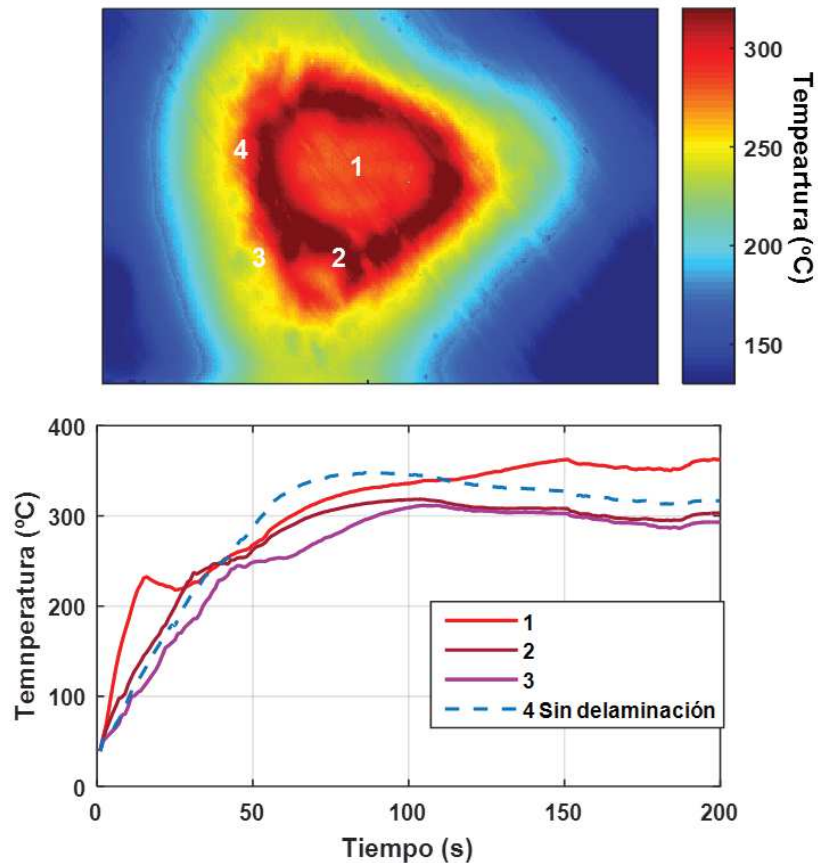


Figura 6.9: Arriba: Imagen de cara fría correspondiente a 80 s desde el inicio de la quema. Abajo: Perfiles de evolución de la temperatura en la cara fría para los instantes iniciales de la quema (primeros 200 s). Los puntos del 1 al 3 pertenecen a regiones donde se generaron delaminaciones internas, produciendo un enfriamiento abrupto en el perfil y regiones frías comparadas con las de su alrededor. El punto 4 pertenece a una región de comportamiento normal. La frecuencia de muestreo es de 10 Hz .

en escala logarítmica para una mejor comparación de los cambios de pendiente. Se observa que cuando el valor de la pendiente disminuye en el perfil de cara fría (en la región marcada con la flecha a 230-240 °C, evento relacionado con la aparición de delaminaciones), el perfil en la cara de la llama muestra un incremento de pendiente simultáneo (aunque es menos claro debido a que los datos son más ruidosos en la cara de llama). Este comportamiento es observado repetidamente, reforzando la hipótesis de la barrera térmica por efecto de las delaminaciones; ya que un defecto interno que reduce el flujo de calor hacia la cara trasera devolverá el calor hacia la cara delantera, incrementando el ritmo de calentamiento en esa cara. Con este mismo objetivo se intentó representar la derivada de estos perfiles en lugar de los ejes logarítmicos, pero el ruido de los datos experimentales se incrementa de tal forma con la derivada que imposibilita cualquier análisis.

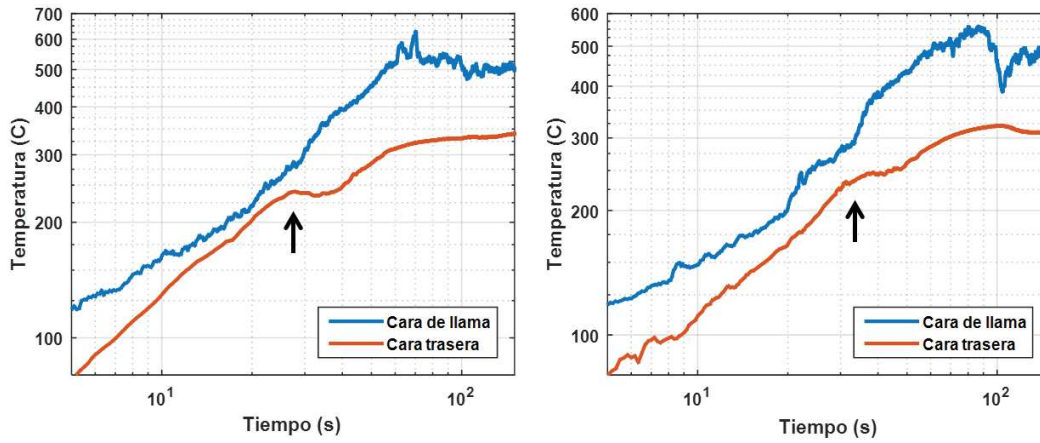


Figura 6.10: Representación log-log de dos regiones con delaminaciones visibles en la imagen IR. Se observa que cuando la pendiente del perfil de la cara trasera disminuye (en la región marcada con la flecha a 230-240 °C, evento relacionado con la aparición de delaminaciones), el perfil de la cara de la llama aumenta en el mismo momento.

La Tabla 6.1 presenta en una columna la temperatura de varios píxeles en el centro de varios defectos visibles cuando comienza el cambio de pendiente en la cara trasera. En la otra columna se presenta la temperatura de la cara de la llama en el mismo instante y lugar. En la última fila han sido calculadas la media y la desviación estándar de los valores de las temperaturas en cada columna.

La media y la desviación estándar para las temperaturas presentadas en la Tabla 6.1 ha sido $241 \pm 6^\circ\text{C}$ y $340 \pm 50^\circ\text{C}$ para las caras trasera y de llama respectivamente. El valor de la cara trasera tiene una dispersión significativamente pequeña, teniendo en cuenta la complejidad de los procesos de degradación térmica de un material compuesto sometido a fuego. Este hecho ratifica este cambio de pendiente como un indicador del comienzo de un proceso de cambio de fase en el material, es decir, la

Tabla 6.1: Temperatura al comienzo del cambio de pendiente en la cara trasera de varios píxeles con delaminaciones visibles. Temperatura en la cara de llama en el mismo instante del cambio de pendiente en cara fría.

Píxel en la imagen (x,y)	Temperatura cara trasera $^{\circ}C$	Temperatura cara de llama $^{\circ}C$
75, 105	242.1	290.9
83, 138	248.8	305.4
144, 141	236.6	379.4
160, 102	243.2	286.9
138, 125	234.9	364.5
117, 60	240.0	296.9
87, 17	238.6	296.9
137, 161	247.9	417.1
205, 120	238.5	421.4
103, 37	251.0	343.7
138, 98	232.5	343.2
(Media, std)	(241, 6)	(340, 50)

degradación en la matriz polimérica. Como el valor medio de 241 $^{\circ}C$ ha sido medido en la cara trasera y la degradación debe comenzar en las capas más cercanas a la cara de la llama, la temperatura de degradación debe ser mayor.

La temperatura en la cara de la llama en el momento que el cambio de pendiente es visualizado en la cara trasera puede ser tomado como un indicador para la temperatura de degradación. Estos valores de temperatura tienen una desviación estándar mayor que en los de la cara trasera: en torno a 50 $^{\circ}C$. Esto es esperable, ya que las medidas son más ruidosas en la cara caliente y el efecto de la llama induce una mayor heterogeneidad de un punto a otro en esta cara. Debe ser tenido en cuenta también que la temperatura que marca el comienzo de la degradación depende del ritmo de calentamiento y de la composición de la atmósfera [8]. En cualquier caso, el valor medio de 340 $^{\circ}C$ obtenido para la cara de la llama debería ser un buen indicador del comienzo de la formación de defectos por aumento de la presión interna por gases producto de la pirólisis; este valor está en buen acuerdo con los valores típicos de degradación de la resina epoxi entre 250 $^{\circ}C$ y 400 $^{\circ}C$ [80] [3].

Existe un caso en el que la temperatura de aparición de los marcados cambios de pendiente producidos por delaminaciones internas no coincide con la del resto. Sucede cuando algunas delaminaciones no encuentran ninguna vía de escape para los gases que la generan y dicha delaminación se extiende haciéndose cada vez más grande. En estos casos, los puntos que van siendo alcanzados al propagarse la delaminación sufren un cambio de pendiente en la curva de temperatura frente a tiempo, que se produce a la temperatura del punto cuando es alcanzado por la delaminación. En la Figura 6.11 se observa un ejemplo de la quema de un material en el que se da este caso. A

la izquierda se presenta la imagen donde se puede observar en el centro una gran delaminación (aproximadamente en la región en amarillo $\approx 200\text{ }^{\circ}\text{C}$) con tres puntos marcados; punto 1, donde se generó la delaminación; 2 y 3, zonas alcanzadas por la delaminación al extenderse. A la derecha de la Figura 6.11 se muestran los perfiles de temperatura frente al tiempo correspondientes a los puntos 1, 2 y 3. En esta gráfica se observa que la delaminación se genera a aproximadamente $320\text{ }^{\circ}\text{C}$ (temperatura de generación de delaminaciones en este material), y en los puntos 2 y 3 el cambio de pendiente por la delaminación se genera más tarde y a menor temperatura cuanto más alejado está el punto.

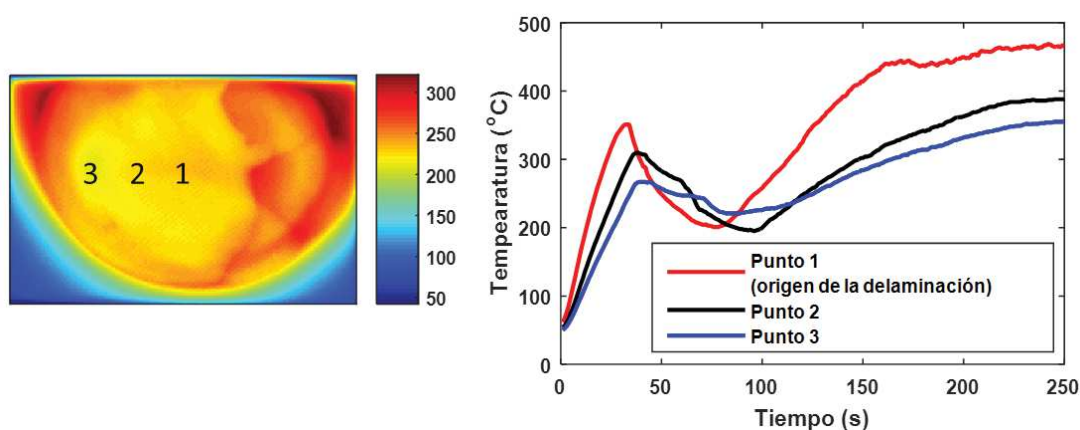


Figura 6.11: Izquierda: Imagen con una gran delaminación en el centro (aproximadamente en la región en amarillo $\approx 200\text{ }^{\circ}\text{C}$). Punto 1, donde se generó la delaminación. Puntos 2 y 3, Zonas alcanzadas por la delaminación al extenderse. Derecha: Perfiles de evolución de la temperatura correspondientes a los puntos 1, 2 y 3.

6.2.2 Ensayo a fuego de larga duración

Se ha realizado un ensayo a fuego de 50 minutos de duración para estudiar el comportamiento de la probeta y la evolución de la degradación tras tiempos de quema mayores de 15 minutos. Otro punto de interés de este ensayo es el de analizar si la llama traspasaba el material tras largos tiempos de aplicación de fuego, ya que la contención de llama es uno de los indicadores de aceptación que se utilizan para este tipo de muestras y con ensayos de 15 minutos no se ha dado en ninguna ocasión.

La muestra utilizada de dimensiones $300 \times 440 \times 2,4\text{ mm}^3$, con resina epoxi como aglutinante, es del mismo tipo que la analizada en las secciones 6.1 y 6.2 de este capítulo. No se produjo traspaso de llama. Se observó que la temperatura alcanzó el estado estacionario tras aproximadamente 100 segundos de ensayo y este se mantiene hasta que la llama se apaga a los 50 minutos. Tampoco se observó que tras 50 minutos la degradación en el material fuera significativamente diferente a la

encontrada para este mismo material tras el ensayo de 15 minutos. Este resultado es una muestra del extraordinario aislamiento y contención del fuego de los materiales compuestos CFRP, que permanecen invariables una vez alcanzado un estado de degradación en el estado estacionario si no existe ninguna operación mecánica (impacto, carga, etc.) que afecte a la estructura de la muestra ensayada.

6.3 Recopilación de resultados de varios ensayos según la norma ISO-2685

Aparte de los resultados presentados anteriormente para el ensayo a fuego de 10 minutos con un quemador no calibrado, se han realizado once ensayos a fuego sobre seis materiales compuestos CFRP diferentes, utilizando un quemador de gasoil dimensionado y calibrado en base a la norma ISO2685 : 1998 y que se situó a 200 mm del centro de la superficie de las muestras ensayadas. Los materiales se diferenciaban entre sí en el tipo de polímero y la colocación de la fibra de carbono.

Las características y composición de estos materiales no se pueden mencionar por especificación explícita del fabricante, por ese motivo nos referiremos a ellos como: *Material* seguido de una numeración del 1 al 6.

En la Tabla 6.2 se muestran resultados térmicos y temporales relativos al comportamiento térmico general de cada material ensayado. Los datos se corresponden a el valor máximo encontrado para toda la placa en cada caso y que, salvo en algunas excepciones que se comentarán, se dará en la región central de cada muestra que fue la más intensamente impactada por la llama en los ensayos. En la tabla: $T_{C.Fuego}^{98\%}$ [°C] es el percentil 98 de temperatura en la cara de la llama; $T_{C.Tras. en t(T_{C.Fuego}^{98\%})}$ es la temperatura en la cara fría cuando se alcanza $T_{C.Fuego}^{98\%}$ en la cara de la llama; $T_{C.Tras.}^{98\%}$ [°C] es el percentil 98 de temperatura en la cara trasera; $\Delta T_{est.}$ [°C] es el incremento de temperatura entre la cara de la llama y la trasera durante el estado estacionario; $\Delta T_{C.Tras.est.}^{max}$ [°C] indica la variación máxima de temperatura durante el estado estacionario en la cara trasera; $t_{hasta est.}$ [s] se corresponde con el tiempo en alcanzar el estado estacionario. Los resultados presentados se corresponden con muestras de $600 \times 400 \text{ mm}^2$ de superficie y 12 capas para cada material.

Analizando los resultados en la Tabla 6.2, $T_{C.Fuego}^{98\%}$ varía entre 890 °C y 1000 °C estas temperaturas máximas en cara caliente son inferiores a los $1100 \pm 80 \text{ °C}$ descritos en la norma sobre la temperatura de la línea central de la llama. Esto es debido a que esta especificación se refiere a la medida por los termopares de calibración de la llama se situados a 100 mm del quemador y con la llama libre, mientras que los ensayos a fuego se realizaron en unas condiciones diferentes: a 200 mm y con la llama

Tabla 6.2: Resultados térmicos y temporales relativos al comportamiento térmico general de cada material ensayado. Los datos se corresponden a una media de una región en el centro de cada placa de $\approx 10 \times 10 \text{ mm}^2$, y que fue la más intensamente impactada por la llama en cada ensayo.

	MAT.1	MAT.2	MAT.3	MAT.4	MAT.5	MAT.6
$T_{C.Fuego}^{98\%}$ [°C]	920	1000	900	990	890	915
$T_{C.Tras.} \text{ en } t(T_{C.Fuego}^{98\%})$ [°C]	390	470	260	470	470	400
$T_{C.Tras.}^{98\%}$ [°C]	410	470	330	480	480	410
$\Delta T_{est.}$ [°C]	500	520	540	510	470	520
$\Delta T_{C.Tras.est.}^{max.}$ [°C]	15	9	12	5	75	7
$t \text{ hasta est.}$ [s]	75	250	500	150	125	200

impactando sobre la probeta lo que genera turbulencias que cambian las dinámicas de los fluidos de la llama respecto a la calibración. Sin embargo, las temperaturas máximas alcanzadas en estos ensayos son superiores a las medidas con el quemador escalado, ver sección 6.1. Por otro lado, analizando conjuntamente $T_{C.Fuego}^{98\%}$ frente a $T_{C.Tras.}^{98\%}$ no se observa ninguna relación entre ellas, indicando una gran dependencia de la temperatura alcanzada en la cara trasera con las propiedades térmicas a través del espesor y los defectos por degradación (que como se vio en la sección anterior reducen significativamente las dinámicas de calentamiento) en cada muestra. En este aspecto, el ensayo en el *Material 3* es el más extremo, donde la temperatura máxima alcanzada en la cara trasera es la menor con gran diferencia (330 °C), esto se debe a que se formó un gran defecto en la zona central que redujo significativamente el calentamiento de la cara trasera durante todo el ensayo.

Comparando $T_{C.Tras.}^{98\%}$ y $T_{C.Tras.}$ cuando $T_{C.Fuego}^{98\%}$ se observa que ambas son muy similares, indicando que el estado estacionario se alcanza prácticamente a la temperatura máxima; únicamente, no se cumple en el *Material 3* donde hay una diferencia de 70 °C entre la temperatura máxima en la cara trasera y la temperatura de esa cara cuando la temperatura es máxima en la cara de llama, esto es otra prueba del fuerte efecto aislante del gran defecto formado durante la quema en el centro de este material. Respecto a $\Delta T_{est.}$ se mantiene estable entre 500 °C y 550 °C en todos los

ensayos, excepto en el *Material 5* donde es $470\text{ }^{\circ}\text{C}$ situándolo como el peor aislante térmico de todos los ensayados.

Es interesante comentar la variación máxima de temperatura durante el estacionario, dado que la llama utilizada es muy estable, y por lo tanto las variaciones de temperatura durante el estacionario son muy pequeñas en todos los casos, excepto en el *Material 5* que tiene una variación de $75\text{ }^{\circ}\text{C}$; esta variación, no achacable a cambios en la llama, se debe a la pérdida de dos capas en la zona más impactada por la llama. Esta pérdida de capas es claramente visible en la imagen de cara caliente mostrada en la Figura 6.12, en la región de abajo a la izquierda. Dentro de esa rotura se ve otra de menor tamaño de una segunda capa. La rotura de capas se produce en esta región debido a la dinámica de las turbulencias de la llama al impactar con la probeta, que generan un giro de los gases en dirección horaria.

Por último, estudiando el tiempo hasta que se alcanza el estado estacionario en la cara trasera se obtiene una información muy relevante del efecto aislante de cada material. Los tres casos donde el tiempo en alcanzar el estacionario fue superior a 200 s fueron los que generaron grandes defectos durante la quema en la zona más afectada por la llama; en este caso el *Material 3* vuelve a ser el que mejor aislamiento proporcionó debido al gran defecto ya comentado.

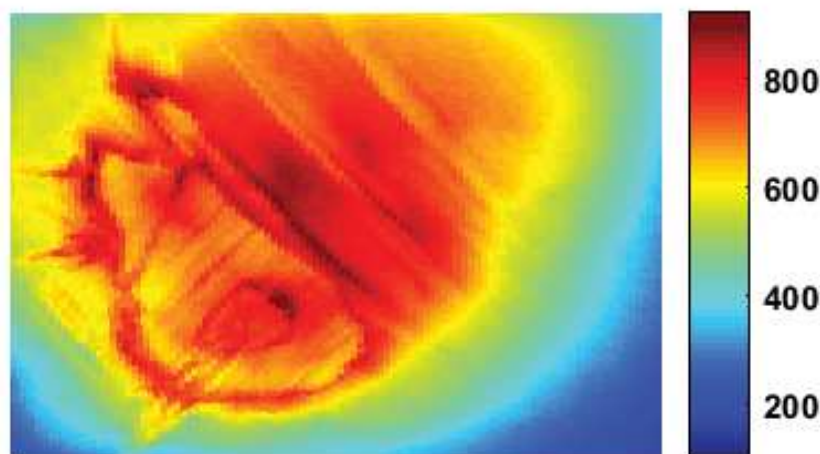


Figura 6.12: Imagen durante el ensayo del *Material 5* en la cara de la llama. Se observa la rotura de dos capas en la zona impactada por la llama.

En todos los materiales ensayados se dieron comportamientos similares a los mostrados en detalle en apartados anteriores, ver sección 6.2. Siempre se observó la aportación de cambios bruscos en el ritmo de calentamiento en cara fría asociados con la generación de defectos internos (delaminaciones). Las delaminaciones por degradación aparecen de forma aleatoria en diferentes zonas e instantes. La temperatura en cada

material a la que se generan los cambios de pendiente en la cara de la llama difiere mucho entre defectos; sin embargo, la temperatura de inicio de los defectos en cara fría ha sido medida siempre con una variación $< 6\text{ }^{\circ}\text{C}$ entre todos los defectos de un mismo material. Esta dispersión es significativamente baja comparada con la temperatura base (en torno a dos órdenes de magnitud menor) y los complejos procesos térmicos ocurridos durante los ensayos a fuego. Esto refuerza la conclusión, argumentada en la sección 6.2, de que la temperatura de formación de defectos es un buen indicador del inicio de la degradación.

En la Figura 6.13 se muestra el tiempo que las muestras de 12 capas, para cada uno de los seis materiales ensayados a fuego, tardaron en alcanzar los $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ en cara fría en la región de mayor impacto de llama. Dado que $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ es una temperatura cercana a la de formación de delaminaciones sin superarla, esta figura es un indicador de la velocidad de calentamiento en la cara fría cuando el material no está aún degradado. Adjunto, en la Figura 6.13, se muestra también el tiempo entre el instante que se forma un defecto y hasta que la temperatura en que se formó el defecto es superada de nuevo. El estudio se ha realizado en la región de mayor calentamiento por llama en cara fría. Este dato muestra el efecto de aislamiento que produce la formación de delaminaciones en cada material. En todos los materiales se da la situación que el tiempo que tarda la muestra en recuperar la temperatura a la que se generó el defecto es mayor que el tiempo hasta alcanzar los $250\text{ }^{\circ}\text{C}$. Esto indica el notable impacto de los defectos generados por la degradación sobre el comportamiento térmico del material compuesto.

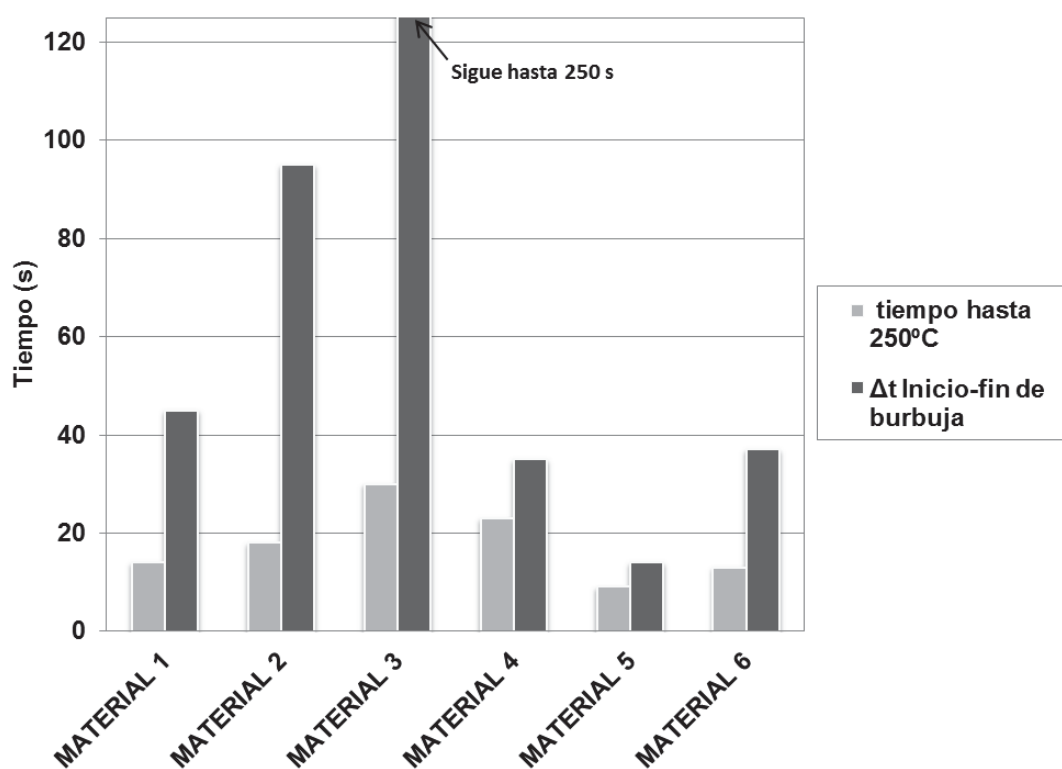


Figura 6.13: Tiempo en alcanzar los 250 °C en cara fría, y tiempo en recuperar la temperatura tras la generación de un defecto en la zona de mayor impacto de llama. Resultados para los seis materiales compuestos CFRP ensayados a fuego.

PARTE III

CARACTERIZACIÓN ANTES Y DESPUÉS DE ENSAYOS A FUEGO

Obtención de las propiedades térmicas de materiales compuestos sometidos a fuego mediante termografía activa

El término *análisis no destructivo* (*Non-destructive testing - NDT*) se refiere a un amplio grupo de técnicas de análisis utilizadas en la industria para evaluar las propiedades de un material, componente o estructura sin causar daño. El NDT es utilizado por la industria para asegurar la fiabilidad de un producto, mejorar su diseño, para evitar fallos, prevenir accidentes, reducir los costes de fabricación, mantener un nivel de calidad, etc. Entre las áreas de aplicación del NDT más habituales están la ingeniería mecánica, electrónica, la construcción, y aeronáutica, el arte o la medicina; como se presenta por ejemplo en los trabajos [81–85]. Existen diferentes métodos para realizar NDT, como son los ultrasonidos, las partículas magnéticas, los líquidos penetrantes, la radiografía, o las corrientes de Foucault, entre otros [86].

El análisis no destructivo infrarrojo (*NDT-IR*) utiliza transitorios térmicos en los objetos analizados como fundamento de la evaluación. Con termografía se mide la temperatura en superficie del objeto evaluado. La respuesta del material a un transitorio térmico está relacionado con sus propiedades térmicas y su estado estructural interno. Además, la presencia de defectos (con diferentes propiedades térmicas que el medio) generará cambios locales en la transmisión de la temperatura a través del objeto, y estas diferencias, durante un transitorio térmico, se presentarán en superficie como

contrastes térmicos observables en la imagen termográfica. En la mayoría de casos se utiliza una fuente externa de excitación térmica controlada para crear el contraste térmico necesario entre el material sano y el defecto (*termografía activa*). En función de la aplicación y el material ensayado, las fuentes de excitación utilizadas se basan en diferentes principios para introducir energía térmica, como son: radiación óptica, microondas, inducción electromagnética, ultrasonidos o aire caliente, entre otros.

En ocasiones, la contraste térmico entre material sano y defecto es evidente tras el ensayo de termografía activa. Sin embargo, en la mayoría de los casos es necesario utilizar técnicas de procesamiento de los datos para aumentar el contraste. Se han desarrollado multitud de métodos, que varían en función de la aplicación y la fuente de excitación; sin embargo, los más habituales se pueden agrupar por el tipo de excitación: termografía con pulso de calor [87,88], termografía lock-in con excitación periódica [89], o termografía transitoria con un calentamiento tipo escalón [90].

La termografía activa también puede utilizarse, además de para el estudio de defectos, para obtener las propiedades térmicas de un material. Seguramente el ejemplo más importante es el caso del método flash.

7.1 El método flash: Introducción

El método flash es una técnica en la que se caracterizan las propiedades térmicas de un material mediante la medida de la respuesta térmica a un pulso de calor. Han pasado más de 50 años desde que Parker et al. [11], trabajando para la *US Navy Radiological Defense Laboratory*, publicaran su artículo original introduciendo este método para obtener la difusividad térmica, el calor específico y la conductividad térmica. Desde entonces, se ha extendido mundialmente y se ha convertido en el más popular para la medida de la difusividad térmica en sólidos. La simplicidad y la eficiencia de la medida, la precisión y fiabilidad de los resultados, y las posibilidades de aplicación a una amplia gama de condiciones experimentales y de materiales son sus principales ventajas. El hecho de que el método flash ha alcanzado el estatus de estándar en muchos países proporciona una medida de su universalidad.

Desde el artículo original en 1961 con el primer tratamiento analítico y la primera aplicación del método flash, han aparecido multitud de contribuciones originales en la literatura que han llevado a un progreso significativo en su desarrollo. Se han sido publicados artículos que revisan el estado del arte de la teoría y la práctica del método desde su aparición [91–96]; otras publicaciones han extendido su aplicación a medidas en muestras anisótropas [97], muestras muy finas [98], muestras no planas [99], o muestras semitransparentes [100].

Varios montajes experimentales para medida de la difusividad térmica de sólidos

dos utilizando el método flash han sido desarrollados por diferentes laboratorios científicos [101–110]. Algunos de ellos están diseñados para uso en casos y condiciones específicos como sobre materiales fundidos [111–113], o en reactores nucleares altamente radiactivos [114]. Los instrumentos presentados por [115–117] también permiten la medida del calor específico. También existen sistemas de medida comerciales mediante el método flash, como los de Netzsch Gerätebau GmbH [118] o Linseis Messgeräte GmbH [119] entre otros.

En esta tesis se propone una adaptación del método flash para aplicarlo a materiales compuestos de matriz polimérica reforzada con fibra de carbono (CFRP) sometidos a ensayos a fuego industriales bajo norma, y permitir la medida de propiedades térmicas (difusividad térmica, calor específico volumétrico y conductividad térmica) sobre las muestras antes y después de ser sometidas a un ensayo a fuego, sin interferir en su configuración, ni en la composición o estructura de la muestra. Las muestras ensayadas no tienen tamaños fijos. Sus dimensiones superficiales (una medida típica es $600 \times 400 \text{ mm}^2$) impiden utilizar los instrumentos habituales para aplicar el método flash, que requieren pequeñas muestras con forma y dimensiones especialmente adaptadas. El número de capas de las muestras a medir, y por lo tanto su espesor, no es fijo y puede variar desde menos de 1 mm hasta más de 5 mm. Los materiales compuestos tras ser quemados quedan estructuralmente muy dañados, y cualquier manipulación puede generar daños irreversibles que falseen la medida de propiedades térmicas tras el ensayo a fuego, de ahí la importancia de medir *in-situ* a distancia y sin contacto. De estas necesidades fundamentales surge la idea de utilizar el mismo sistema de dos cámaras infrarrojas, desarrollado para la medida de temperatura durante los ensayos, para obtener también las propiedades térmicas de los materiales ensayados antes y después del ensayo a fuego. La termografía IR proporciona imagen térmica a distancia, y por lo tanto las dimensiones y colocación de la muestra no son influyentes; asimismo, ofrece una medida rápida, no destructiva, sin contacto y no altera el modo de operación establecido en los laboratorios de ensayos a fuego industriales. La imagen, además de la versatilidad en el montaje experimental, proporciona dos dimensiones de datos frente a las medidas puntuales, lo que aporta una valiosa información espacial de la que otras técnicas carecen.

El procedimiento propuesto en esta tesis también supone una diferenciación con los métodos típicamente utilizados para caracterizar el comportamiento térmico de materiales compuestos CFRP sometidos a alta temperatura y fuego (TGA, DSC, espectrometría de gases, etc.; ver sección 3.12). Todos son métodos de laboratorio en los que han de utilizarse muestras dimensionadas a pequeña escala y no pueden utilizarse en condiciones de ensayos a fuego.

7.2 Montaje del sistema para la caracterización de las propiedades térmicas

Uno de los mayores atractivos del sistema de dos cámaras desarrollado para la medida de temperatura durante ensayos a fuego descrito anteriormente es que se puede utilizar con una ligera modificación para obtener también, a temperatura ambiente antes y después de la quema, las propiedades térmicas y los defectos internos de las muestras ensayadas a fuego. Esta aplicación únicamente requiere cambiar la llama por una lámpara de flash (ver figura 7.1). La lámpara de flash actúa como fuente térmica de corta duración, de este modo se podrán aplicar las técnicas de NDT-IR adaptadas al problema.

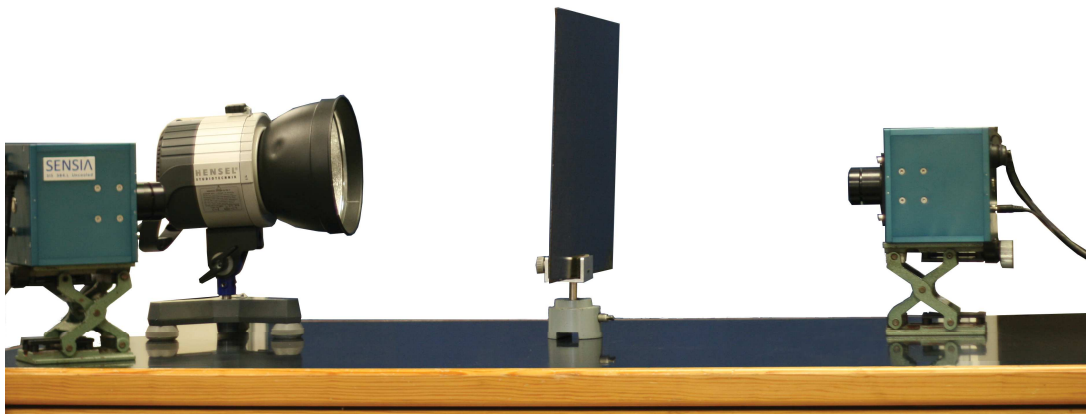


Figura 7.1: Montaje experimental del sistema desarrollado para obtener las propiedades térmicas y los defectos de las muestras antes y después de ser ensayadas a fuego.

Como lámpara flash se ha implementado el modelo *EH Pro 6000* de *Hensel Studiotechnik* [120], que tiene un consumo de energía de 6 KJ . La lámpara está equipada con un reflector concentrador de energía de 170 mm de diámetro formando una apertura con un ángulo de 70° .

Como fuente de alimentación de la lámpara para generar los pulsos se utiliza un *TRIA 6000 S* de *Hensel Studiotechnik* [120]. Este sistema produce pulsos de 6 KJ de potencia eléctrica con una duración aproximada de 100 ms .

El desarrollo teórico y la metodología para la obtención experimental de las propiedades térmicas y defectos estructurales antes y después de un ensayo a fuego, junto con los resultados obtenidos, se describen y discuten detalladamente a continuación. El

procedimiento para la obtención de las propiedades térmicas se define en el [Apéndice A: Procedimientos](#).

7.3 Método flash: Modelo ideal

En el método flash una de las caras de una muestra opaca y plana es calentada por medio de un pulso de calor de corta duración (en nuestro caso, con la lámpara flash); tras ello la evolución temporal de la temperatura en la cara trasera es analizada (en nuestro caso, se realiza con la cámara de la cara trasera). Esta evolución temporal permite medir la difusividad térmica del material.

En el trabajo original de Parker *et al.* [11], la evolución de la temperatura en un punto se relaciona con las propiedades térmicas de la muestra mediante la siguiente expresión:

$$T^*(L, t) = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} ((-1)^n \exp(-n^2 \pi^2 t^*)) \quad (7.1)$$

, válida si las pérdidas de calor son despreciables.

Aparecen dos parámetros adimensionales que se definen como:

$$T^* = T(L, t) / \Delta T_{max} \quad (7.2)$$

$$t^* = \alpha \frac{t}{L^2} \quad (7.3)$$

siendo ΔT_{max} el máximo incremento de temperatura en la cara trasera, L el espesor de la muestra $[m]$ y $\alpha [m^2 \cdot s^{-1}]$ la difusividad térmica. Por lo tanto, T^* es la evolución térmica adimensional de la cara trasera normalizada a ΔT_{max} y t^* es el tiempo adimensional. La difusividad térmica puede ser obtenida midiendo el tiempo correspondiente a la mitad del máximo incremento de temperatura ($t_{0,5}$), que se relaciona con la expresión de la difusividad térmica y t^* de la siguiente forma:

$$t_{0,5} = 0,14 \frac{L^2}{\alpha} \quad (7.4)$$

En la Figura 7.2 se muestra la gráfica de T^* frente a t^* .

Este método es muy conveniente ya que no necesita conocer la intensidad del pulso de calentamiento, sólo es necesario que sea suficientemente corto en comparación con el tiempo característico $t_{0,5}$ (Parker en su artículo habla de ≈ 30 veces menor) y que se cumpla la condición de pérdidas de calor despreciables.

Además de la difusividad térmica, a partir del experimento de flash se pueden obtener otros parámetros intrínsecos del material.

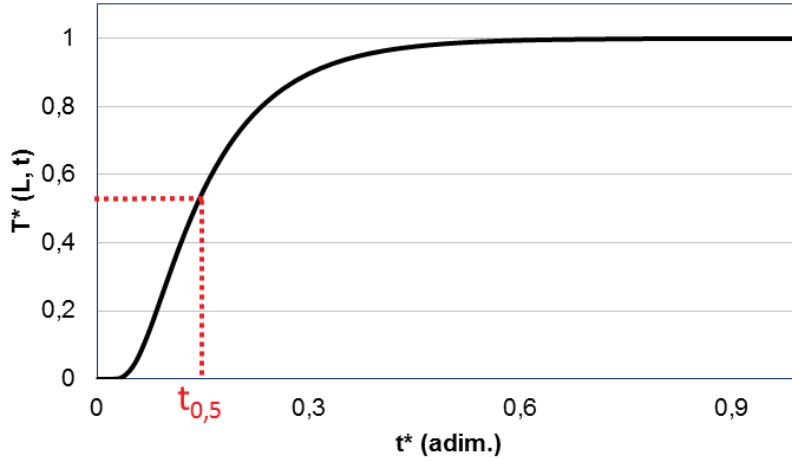


Figura 7.2: Gráfica adimensional de la evolución de la temperatura en la cara trasera. $t_{0,5}$ representa el tiempo correspondiente a la mitad del máximo incremento de temperatura.

El calor específico volumétrico $c_p \rho$ (donde c_p es el calor específico [$J \cdot K g^{-1} \cdot K^{-1}$] y ρ es la densidad [$K g \cdot m^{-3}$]) es obtenido mediante la energía del flash $Q [J \cdot m^{-2}]$, el máximo incremento de temperatura medido por la cámara de la cara trasera después del flash $\Delta T_{max} [K]$ y el espesor de la muestra L :

$$c_p \rho = \frac{Q}{L \Delta T_{max}} \quad (7.5)$$

La conductividad térmica $\kappa [W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}]$ se obtiene según:

$$\kappa = \alpha c_p \rho \quad (7.6)$$

Parker *et al.* originalmente asumen una serie de condiciones de aplicabilidad muy estrictas [117]: calentamiento uniforme de una muestra opaca por un pulso de radiación muy corto en condiciones sin pérdidas térmicas.

En nuestro caso, las muestras de CFRP son opacas y su tiempo característico de difusión del calor es mucho más largo que el de $\sim 100 ms$ que dura un pulso de nuestro equipo de iluminación (lámpara flash EH Pro 6000 de Hensel Stuiotechnik, con un generador de pulsos TRIA 6000 S). Esto permite considerar el pulso flash como una delta de Dirac localizada en el centroide cronológico del pulso de luz, eliminando posibles incertidumbres asociadas a la anchura del pulso [117] [121] [96]. La uniformidad espacial de la muestra (tanto geométricamente como en sus propiedades físicas), como una iluminación uniforme, son requeridas para excluir la transmisión de calor en el plano, ya que la obtención de α está basada en un modelo de transmisión de calor unidimensional. La iluminación uniforme no es estrictamente posible para muestras de

superficies realistas ($> 300 \times 300 \text{ mm}^2$), pero utilizar una lámpara con un reflector de gran apertura (en lugar de las habituales fuentes láser quasi-puntuales) proporciona un gran área relativamente uniforme (ver sección 7.6), que minimiza la transmisión del calor en el plano. Sin embargo, la condición de propiedades físicas uniformes podría ser en principio problemática para muestras quemadas. Su impacto en nuestro caso será estudiado (y hallado como muy pequeño) en la parte de resultados, en la sección 8.2.

7.4 Modelado del experimento flash con pérdidas por enfriamiento

En un experimento real, las pérdidas por enfriamiento pueden tener una fuerte influencia en la respuesta térmica en la cara trasera. La temperatura máxima alcanzada será menor que en el caso sin pérdidas, y si este efecto no es tenido en cuenta, una subestimación de ΔT_{max} conducirá a errores significativos en la obtención de los parámetros térmicos, especialmente en el calor específico volumétrico y por lo tanto en la conductividad térmica.

En el método de Parker las pérdidas por enfriamiento son minimizadas realizando medidas en un tiempo tan corto como para que esas pérdidas sean despreciables. Esto se consigue eligiendo el espesor de la muestra en función de la difusividad térmica esperada para el material (cuanto más aislante menor espesor). Sin embargo, en el caso de muestras aislantes más allá de un espesor específico (muestras térmicamente anchas), la respuesta en la cara trasera no será suficientemente rápida como para despreciar las pérdidas por enfriamiento. Ya que en este trabajo el espesor de las muestras (muy aislantes) no puede ser elegido, el efecto de la convección natural debe ser tenido en cuenta.

7.4.1 Solución de la ecuación del calor unidimensional

A continuación se presenta el modelado de la respuesta en un experimento a flash mediante la ecuación del calor unidimensional, con las apropiadas condiciones de contorno para incluir las pérdidas por enfriamiento. Este modelo se utiliza como base para la adaptación realizada del método flash de Parker para muestras térmicamente anchas (ver sección 7.5), y que fue publicada en [122].

El punto de partida es la ecuación del calor para el caso unidimensional sin fuentes (ver apartado 3.11), ya que supone que no se genera calor en la placa y que no hay pérdidas en el plano de la placa; es decir, en el plano xy las temperaturas son uniformes.

$$\frac{\partial^2 T}{\partial z^2} - \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T}{\partial t} = 0 \quad (7.7)$$

Las condiciones de contorno son, midiendo la temperatura respecto del ambiente ($T_{\text{ambiente}} = 0$):

$$-\kappa \frac{\partial T}{\partial z} \Big|_{z=0} = \phi_{z=0} = \phi_0 - h_D T(0, t) \quad (7.8)$$

$$-\kappa \frac{\partial T}{\partial z} \Big|_{z=L} = \phi_{z=L} = h_T T(L, t) \quad (7.9)$$

donde $\phi_0 [W \cdot m^{-2}]$ representa la densidad de flujo de calor; en este caso se corresponde con la irradiancia externa de la lámpara flash incidiendo en una de las caras (delantera, $z = 0$). La transferencia de calor mediante convección natural ha sido tenida en cuenta en ambas caras, definida por los coeficientes de convección natural en las caras delantera y trasera h_D y h_T respectivamente. El signo de la densidad de flujo de calor por convección, positivo en la cara $z = L$ y negativo en $z = 0$, se debe a que para que haya pérdida de calor es necesario que la derivada de T respecto de z sea negativa en $z = L$ y positiva en $z = 0$.

La forma más conveniente de resolver este problema es por medio de la transformada de Laplace [99]. Transformando (respecto al tiempo) la ecuación diferencial 7.7, se obtiene:

$$\frac{d^2 \bar{T}}{dz^2} - \frac{s}{\alpha} \bar{T} = 0 \quad (7.10)$$

Para la transformada de Laplace hemos empleado la notación $\bar{T}(z, s) \equiv \mathcal{L}[T(z, t)]$. Se ha utilizado que $\mathcal{L}\left[\frac{d}{dt}T(t)\right] = s\bar{T}(s) - T(t=0)$ (donde en nuestro caso la temperatura inicial $T(t=0) = 0$ porque suponemos que es igual a la del ambiente). La variable s funciona aquí como un parámetro quedando una derivada total en vez de parcial. La solución general de esta ecuación diferencial es:

$$\bar{T}(z, s) = A \sinh(qz) + B \cosh(qz) \text{ siendo } q^2 = \frac{s}{\alpha} \quad (7.11)$$

Donde A y B serán en general funciones del parámetro s , y quedarán determinadas por las condiciones de contorno. Para imponerlas, se aplica también la transformada de Laplace a 7.8 y 7.9, obteniéndose:

$$-\kappa \frac{d\bar{T}}{dz} \Big|_{z=0} = \bar{\phi}_0(s) - h_D \bar{T}(0, s) \quad (7.12)$$

$$-\kappa \frac{dT}{dz} \Big|_{z=L} = h_T \bar{T}(L, s) \quad (7.13)$$

Imponiendo el cumplimiento de las condiciones de contorno 7.12 y 7.13 por la ecuación 7.11, se obtienen A y B , y la solución de la ecuación 7.10 para el caso genérico de cualquier espesor z , se expresa como:

$$\bar{T}(z, s) = \bar{\phi}_0 \left[\frac{-\sinh(qz)}{\kappa q} + \frac{\left[\frac{h_D}{\kappa q} \sinh(qz) + \cosh(qz) \right] \cdot \left[\cosh(qL) + \frac{h_T}{\kappa q} \sinh(qL) \right]}{(h_D + h_T) \cosh(qL) + (\kappa q + \frac{h_T h_D}{\kappa q}) \sinh(qL)} \right] \quad (7.14)$$

La ecuación 7.14 se simplifica mucho si suponemos que el coeficiente de convección es igual en las dos caras: $h_D = h_T \equiv h$ (lo que tiene sentido para una placa plana vertical) y nos limitamos al caso de la cara trasera ($z = L$):

$$\bar{T}(L, s) = \bar{\phi}_0 \left[\frac{1}{2h \cosh(qL) + (\kappa q + \frac{h^2}{\kappa q}) \sinh(qL)} \right] \quad (7.15)$$

Para la cara delantera ($z = 0$), $\sinh(qz) = 0$ y $\cosh(qz) = 1$, con lo que la ecuación también se simplifica considerablemente:

$$\bar{T}(0, s) = \bar{\phi}_0 \left[\frac{\cosh(qL) + \frac{h}{\kappa q} \sinh(qL)}{2h \cosh(qL) + (\kappa q + \frac{h^2}{\kappa q}) \sinh(qL)} \right] \quad (7.16)$$

(recordemos que $q = \sqrt{s/\alpha}$). La evolución de la temperatura en un punto $T(z, t)$, se obtiene mediante la transformada de Laplace inversa de $\bar{T}(z, s)$. Abreviando la expresión entre corchetes de la ecuación 7.14 como FT_z

$$T(z, t) = \mathcal{L}^{-1} \{ \bar{\phi}_0 FT_z \} = \phi_0(t) * \mathcal{L}^{-1} \{ FT_z \} \equiv \phi_0(t) * FRI_z(t) \quad (7.17)$$

Esto significa que, en cualquier punto z , la placa plana puede ser vista como un sistema lineal que para una entrada $\phi_0(t)$ produce una salida $T(z, t)$, que es la convolución de la entrada $\phi_0(t)$ con una función de respuesta a impulso $FRI_z(t)$ dada por la transformada inversa de Laplace de la función de transferencia FT_z

En el caso de que la excitación sea una función impulso, $\phi_0(t) = Q_0 \delta(t)$, queda simplemente:

$$T(z, t) \equiv Q_0 \cdot FRI_z(t) \quad (7.18)$$

Vemos que la excitación impulso equivale a poner en la ecuación Q_0 en vez de ϕ_0 (se debe tener en cuenta que ϕ_0 tiene unidades de potencia/área, mientras que $\bar{\phi}_0$ y

Q_0 tienen unidades de energía/área).

Esta transformada inversa puede ser calculada analíticamente para la cara trasera ($z = L$), en el caso de pérdidas por enfriamiento despreciables ($h = 0$). En este caso la función de transferencia en la cara trasera queda simplemente $FT_L = [\kappa q \sinh(qL)]^{-1}$, y la función de respuesta a impulso FRI_L puede expresarse como una serie infinita, que es justamente la expresión 7.1 del caso ideal expuesta inicialmente por Parker *et al.*

Para el caso general con pérdidas por enfriamiento no existe expresión analítica para la FRI y la transformada de Laplace debe invertirse numéricamente. Para realizar esta inversión numérica de la transformada de Laplace, se ha elegido el algoritmo de *Gaver – Stehfest* [123], tras haberse estudiado en [99] su utilización para la resolver un problema de las mismas características.

7.4.2 Ecuaciones adimensionales

Como se comentó en el apartado 3.10.4, los parámetros adimensionales son muy útiles para la definición de las características de la convección.

Para expresar las ecuaciones 7.15 y 7.16 en términos de variables adimensionales, definiremos:

- $z^* \equiv z/L$, siendo L el espesor de la placa (es decir, tomamos L como unidad de longitud).
- $t^* \equiv \alpha t/L^2$, como ya hicimos en la ecuación 7.3.

En función de estas variables, la ecuación del calor (7.7) queda como:

$$\frac{\partial T}{\partial t^*} - \frac{\partial^2 T}{\partial z^{*2}} = 0 \quad (7.19)$$

Comparando con la ecuación original, vemos que si expresamos longitudes y tiempos en estas unidades, la difusividad toma el valor $\alpha = 1$ y $L = 1$. En consecuencia,

$$q \equiv \sqrt{s/\alpha} = \sqrt{s} \quad (7.20)$$

Por otra parte, h puede expresarse convenientemente en función del número de Biot, se ha definido en la sección 3.10.4:

$$Bi \equiv \frac{hL}{\kappa} \quad (7.21)$$

lo que lleva a que

$$\frac{h}{\kappa} = \frac{Bi}{L} = Bi \quad (7.22)$$

Finalmente, la temperatura máxima que se alcanza sin convección, $T_\infty = \frac{Q_0 \alpha}{\kappa L} = \frac{Q_0}{\kappa}$ al ser $\alpha = 1$, $L = 1$. Definiendo la temperatura normalizada $T^* \equiv T/T_\infty$ y φ_0 como la función de forma normalizada, las ecuaciones 7.15 y 7.16 quedan respectivamente como:

$$\overline{T^*}(1, s) = \overline{\varphi_0} \left[\frac{1}{2Bi \cosh(\sqrt{s}) + (\sqrt{s} + \frac{Bi^2}{\sqrt{s}}) \sinh(\sqrt{s})} \right] \equiv \overline{\varphi_0} \cdot FT_1 \quad (7.23)$$

$$\overline{T^*}(0, s) = \overline{\varphi_0} \left[\frac{\cosh(\sqrt{s}) + \frac{Bi}{\sqrt{s}} \sinh(\sqrt{s})}{2Bi \cosh(\sqrt{s}) + (\sqrt{s} + \frac{Bi^2}{\sqrt{s}}) \sinh(\sqrt{s})} \right] \equiv \overline{\varphi_0} \cdot FT_0 \quad (7.24)$$

Lo que permite apreciar que el comportamiento de la temperatura viene controlado por un único parámetro, el número de Biot.

Realizando la transformada inversa de Laplace con el algoritmo de *Gaver – Stehfest* se obtiene la temperatura normalizada como función del tiempo adimensional para una entrada de flujo como una delta de Dirac:

$$T_{deltaDirac}^*(z^* = 1, t^*) = \mathcal{L}^{-1} \{ \overline{T^*}(1, s) \} = \mathcal{L}^{-1} \{ FT_1 \} \equiv FRI_1 \quad (7.25)$$

$$T_{deltaDirac}^*(z^* = 0, t^*) = \mathcal{L}^{-1} \{ \overline{T^*}(0, s) \} = \mathcal{L}^{-1} \{ FT_0 \} \equiv FRI_0 \quad (7.26)$$

De este modo, la transformación de las ecuaciones de manera que usen variables adimensionales sólo dependientes de las variaciones de Bi (equivalente a variaciones en κ o h) proporciona una interpretación sencilla de los resultados de los ensayos con flash sobre placas planas; y si varían los demás parámetros sólo hay que reescalar los resultados con un factor diferente.

7.4.3 Modelado utilizando como parámetros la difusividad térmica y el número de Biot

Según lo descrito en el apartado anterior 7.4.2 y en las ecuaciones 7.23 y 7.24, la respuesta de un material en su forma adimensional puede ser parametrizada únicamente en función del número de Biot. En la Figura 7.3 se presenta la función de respuesta a impulso FRI_1 FRI_0 para las caras delantera y trasera frente a t^* para

dos casos entre los que varía el valor del número de Biot. Como puede verse en las figuras, en el caso de $Bi = 0$ (sin convección) la respuesta se estabiliza en $T^* = 1$. Cuando el número de Biot es distinto de cero el valor de la respuesta decrece con el tiempo, tanto más rápidamente cuanto mayor es Bi .

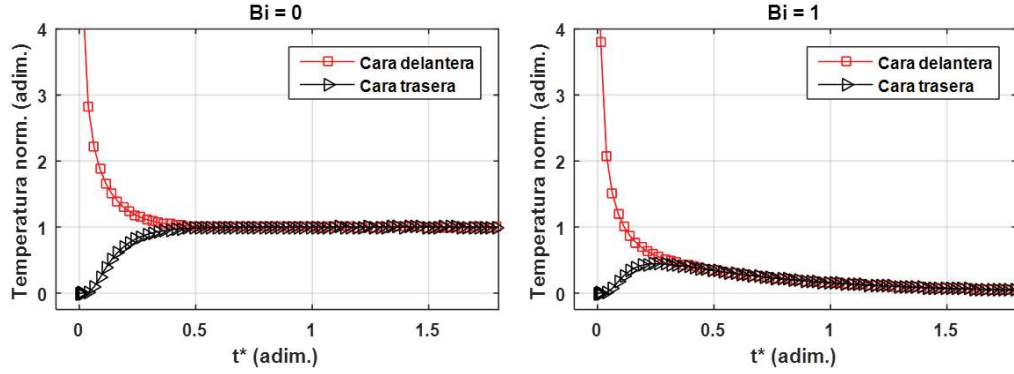


Figura 7.3: Temperatura normalizada para un un flujo de densidad de calor tipo delta de Dirac en la cara delantera, representado frente a t^* . Izquierda, para $Bi = 0$ (caso sin pérdidas de calor); derecha, para $Bi = 1$ ($h = \kappa/L$). Los valores, para este caso de un flujo tipo delta, coinciden con el valor de la función de respuesta a impulso.

El perfil de T^* está completamente determinado por el valor de Bi . Ahora bien, ya que $t^* \equiv \alpha t/L^2$, se pueden utilizar L o α como variables para controlar la escala horizontal del perfil T^* vs. t^* . En la práctica, normalmente L es conocido de antemano y α es un parámetro desconocido de gran interés (debido a su relación con otros parámetros o su relación con la estructura interna del material). En la Figura 7.4 se muestran perfiles de $T^*(t)$ para el caso $Bi = 1$, para varios valores de α (representativos del orden de magnitud de los valores para materiales compuestos quemados y no quemados).

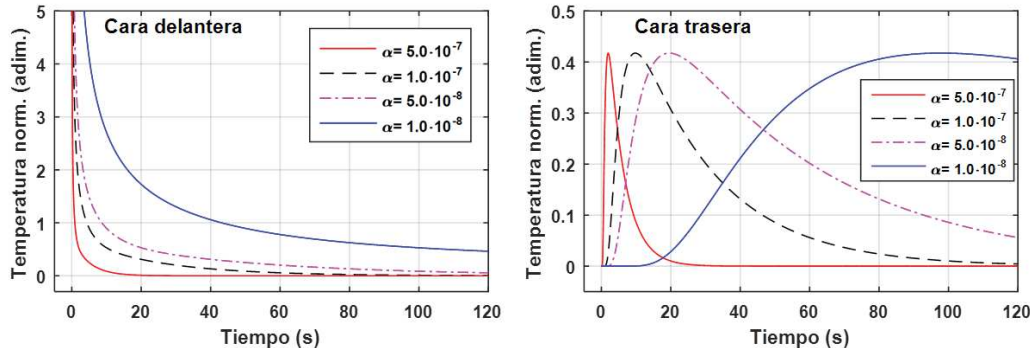


Figura 7.4: Efecto del valor de α en la evolución de la temperatura normalizada en función del tiempo, para un caso fijo $Bi = 1$. Izquierda, cara delantera; derecha, cara trasera.

7.5 Método flash adaptado

En el método flash adaptado, las respuestas modeladas con efectos de enfriamiento, parametrizadas por Bi y α , son utilizadas junto a la evolución de la temperatura frente al tiempo en la cara trasera que se ha medido con la cámara IR durante el experimento con lámpara flash (ver sección 7.2). Con estos datos, Bi y α se obtienen por el ajuste del perfil modelado $T^*(t)$ al perfil experimental $T(t)$: Bi controla la forma del perfil (ver Figura 7.3 y Figura 7.5) y α la escala horizontal (ver Figura 7.4).

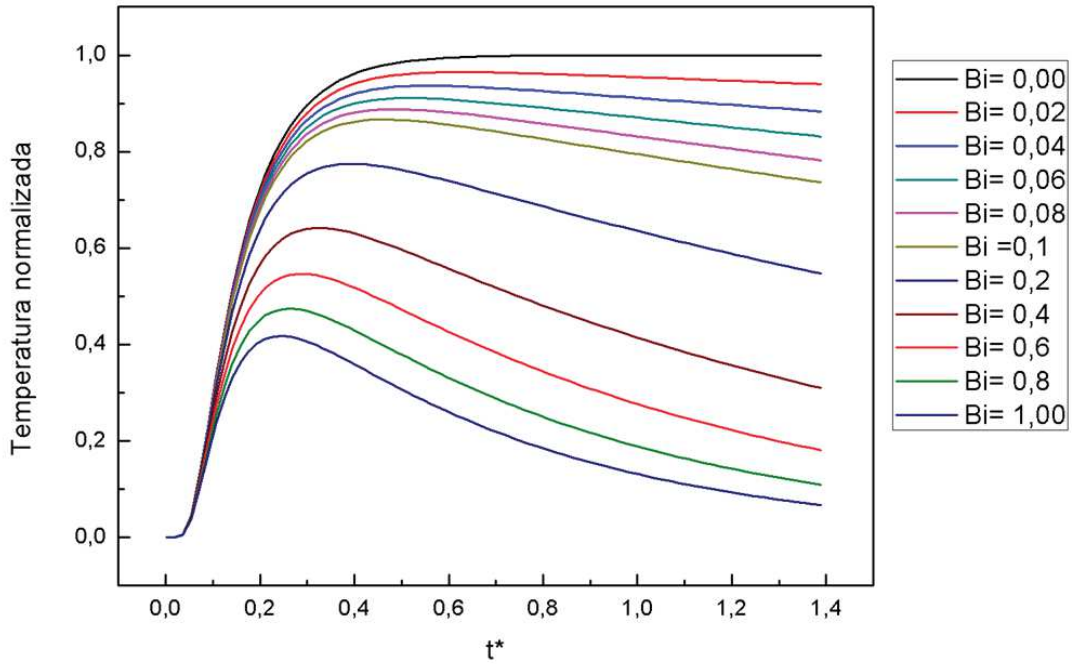


Figura 7.5: Efecto de diferentes valores de Bi en la respuesta a la excitación flash en cara fría. El resultado $Bi = 0$ es el caso sin pérdidas tratado en el método clásico de Parker [11]. t^* es el tiempo adimensional definido por $t^* = \alpha \frac{t}{L^2}$ siendo L el espesor de la muestra.

En la práctica la respuesta modelada se evalúa para diferentes pares de valores α y Bi de forma iterativa, y el par de valores que generen la respuesta modelada más parecida a la experimental es asignado a la muestra ensayada. Para realizar el proceso iterativo de ajuste de forma más eficiente, se ha utilizado un algoritmo para minimizar funciones de varias variables mediante el seguimiento del máximo gradiente *Nelder – Mead*, descrito en [124] e implementado en la función *fminseach* de MATLAB [74]. Este algoritmo dirige la búsqueda hacia los pares de valores α y Bi que minimizan el error cuadrático medio entre las respuestas modelada y experimental. Con este método se reduce significativamente, en comparación con un recorrido completo del conjunto de valores posibles, el número de iteraciones hasta

encontrar el ajuste óptimo y por lo tanto el tiempo (de varios minutos para un proceso iterativo de barrido completo a pocos segundos).

Una peculiaridad a tener en cuenta en este método reside en que los valores de α y Bi son obtenidos a partir de la evolución de temperatura normalizada, y por lo tanto no requiere una calibración de la cámara IR; por otro lado, la determinación de $c_p\rho$ sí requiere una medida precisa del incremento de temperatura (ver la ecuación 7.5), además de una calibración de la lámpara flash, que proporcione la densidad de energía depositada (ver sección 7.6).

El incremento de temperatura que se requiere para el cálculo de $c_p\rho$ es el incremento de temperatura máximo que se produciría en un ensayo sin pérdidas por enfriamiento ($\Delta T_{max.sinperdidas}$); no obstante, independientemente de realizar una cuidadosa calibración (tal y como se describe en la sección 5.3), la medida de la temperatura máxima que se realiza durante el experimento flash está influenciada por las pérdidas por enfriamiento ($\Delta T_{max.conperdidas}$), que deben ser corregidas. La relación entre uno y otro valores viene dada por la gráfica de la (Figura 7.6, que podemos parametrizar sin problemas. En la Figura 7.6 se observa que la fracción de la máxima temperatura alcanzada con respecto a la respuesta sin pérdidas está relacionada con el valor de Bi : cuanto más alto es Bi , más baja es la máxima temperatura alcanzada.

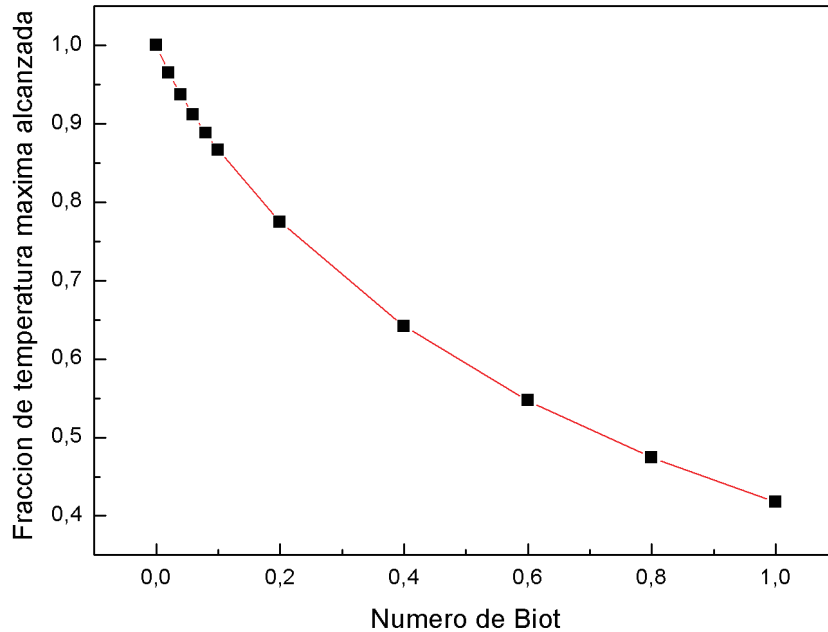


Figura 7.6: Fracción de la temperatura máxima alcanzada en la cara fría tras excitación flash para diferentes valores de número de Biot respecto a la respuesta sin pérdidas ($Bi = 0$).

Por lo tanto, una estimación precisa de Bi proporciona un valor para el máximo incremento de temperatura sin pérdidas $\Delta T_{max.sinperdidas}$ y así permite obtener $c_p\rho$, y finalmente κ (con la definición de α , ecuación 7.6). Un esquema de todo el procedimiento desarrollado se resume gráficamente en el diagrama de la Figura 7.7.

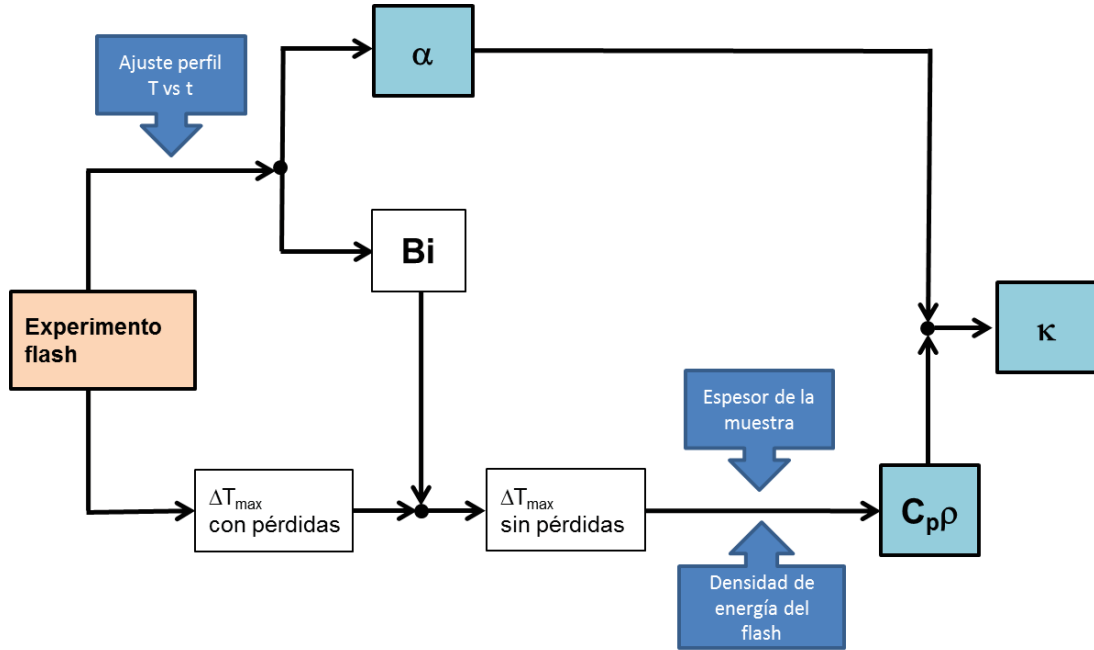


Figura 7.7: Diagrama del proceso de obtención de las propiedades térmicas a partir de un experimento flash.

7.6 Caracterización y calibración del sistema de excitación flash

La energía óptica suministrada por las lámparas flash y su densidad de potencia son datos necesarios para obtener las propiedades térmicas mediante el método flash y para estimar la incertidumbre del método. Las lámparas flash utilizadas en este trabajo son del modelo *EH Pro 6000* de *Hensel Studioteknik*, acopladas a un generador de pulsos *TRIA 6000 S*.

El dato necesario es la energía óptica de la lámpara que absorbe la muestra tras el pulso de luz. No debe confundirse con el dato de energía suministrado por los fabricantes, que es la energía eléctrica consumida por el sistema de iluminación (en nuestro caso 6 KJ), que siempre debe ser mayor debido a las pérdidas eléctricas en el generador y la electrónica, las pérdidas ópticas producidas en el reflector, la energía no absorbida por el material iluminado, etc.

La densidad de energía del flash absorbida por un material, siempre que no haya pérdidas de calor, se puede obtener a partir de la ecuación:

$$Q = c_p \rho L \Delta T_{max} \quad (7.27)$$

Donde Q es la densidad de energía óptica del flash absorbida por el material [$J \cdot m^{-2}$], c_p es el calor específico [$J \cdot Kg^{-1} \cdot K^{-1}$], ρ es la densidad [$Kg \cdot m^{-3}$], ΔT_{max} [K] el máximo incremento de temperatura después del flash y L el espesor de la muestra [m].

Con el fin de aplicar esta ecuación se ha realizado un experimento en el que una lámina de cobre de 99,9 % de pureza y de 0.35 mm de grosor, pintada con una fina capa de una pintura de alta emisividad ($\varepsilon = 0,95$), es iluminada por el flash situado a 200 mm de distancia. El incremento de temperatura producido por el flash en la cara trasera de la lámina es medido con un sistema de imagen IR. Se ha elegido la fina lámina de cobre para minimizar el número de Biot ($Bi = \frac{h \cdot L}{\kappa}$), evitando los efectos de las pérdidas en el experimento. Midiendo en la cara trasera se eliminan los reflejos producidos por la lámpara en el momento del flash y el posterior reflejo del calor remanente en la lámpara tras el flash. El sistema de imagen IR dispone de un array de 640×512 detectores de InSb. Para el experimento, el tamaño del *array* ha sido reducido a 110×120 píxeles que miden la zona más calentada por el flash, de este modo se consigue aumentar la frecuencia de adquisición del sistema de 90 Hz (limitados por el envío de datos por la interfaz) hasta 530 Hz necesarios para adquirir el rápido calentamiento en la fina lámina tras el flash.

En la Figura 7.8 se presenta el perfil de incremento de temperatura por efecto del flash en la cara trasera de la lámina de cobre, cuando el flash se sitúa a 200 mm de distancia. El perfil es el resultado de la media de los 110×120 píxeles del array que se corresponden con un área aproximada de 1 cm^2 en la zona de mayor calentamiento del flash. El incremento de temperatura máximo por efecto del flash son 4.94 K.

Los propiedades del cobre necesarias se han obtenido de bibliografía [39], siendo $c_p = 386 \text{ J} \cdot \text{Kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ y $\rho = 8954 \text{ [Kg} \cdot \text{m}^{-3}]$. El espesor de la lámina es 0.35 mm. Las propiedades c_p y ρ de la pintura se desconocen; no obstante, la capa suministrada es $< 50 \mu\text{m}$ de espesor y teniendo en cuenta que la medida se realiza en el estado estacionario las diferencias de los parámetros térmicos de la pintura respecto a los del cobre no serán muy influyentes (si la la medida se realizara en durante el transitorio, como sería para la obtención de α , la presencia de la pintura sí sería muy relevante en el resultado). La incertidumbre en la obtención de Q se obtiene mediante propagación de errores. La incertidumbre en la medida de la temperatura es de $\pm 4 \cdot 10^{-3} \text{ [K]}$ (valor obtenido del ruido de la imagen antes del flash). Debido a la media realizada de la

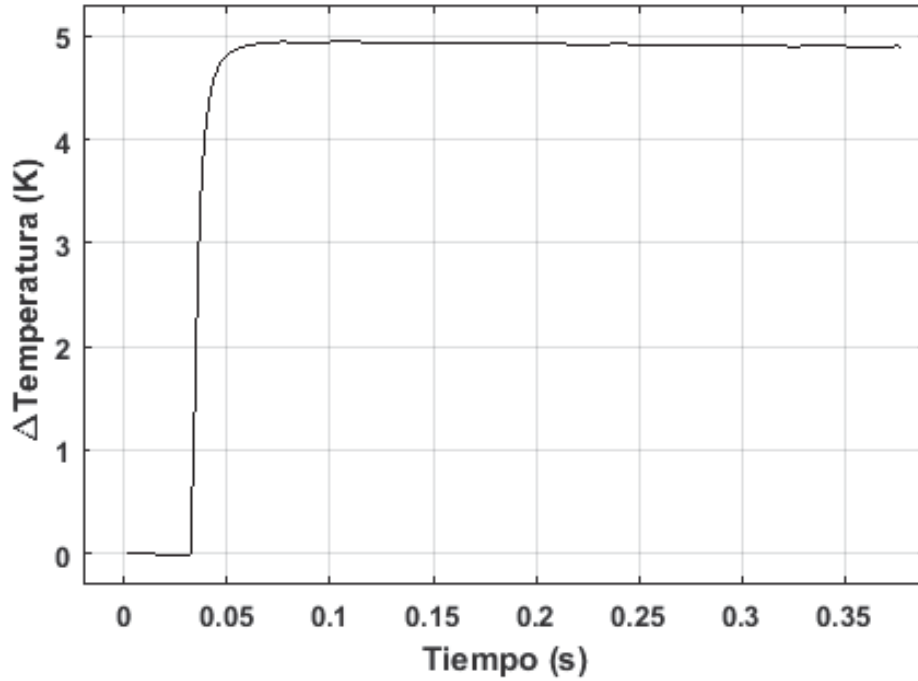


Figura 7.8: Perfil de incremento de temperatura por efecto del flash en la cara trasera de la lámina de cobre. Frecuencia de adquisición 530 Hz .

imagen, se ha conseguido un valor significativamente más bajo que la NETD del sistema ($20 \cdot 10^{-3} [K]$). Las incertidumbres de los propiedades bibliográficas se asumen como cero. Finalmente el error de precisión del calibre para medir el espesor es $3 \cdot 10^{-5} m$. Considerando todo lo anterior en conjunto, el valor obtenido es $Q = 6000 \pm 500 J \cdot m^{-2}$.

En la Figura 7.9 se presenta el resultado de tres experimentos en los que la lámpara flash fue colocada enfrente de una lámina de PVC de dimensiones $1000 \times 500 \times 3 mm^3$. Con la misma cámara IR anterior, situada midiendo en la cara de impacto del flash, se pretende medir la distribución del calentamiento que produce el flash. La medida se realiza con la cámara midiendo a la máxima frecuencia de adquisición (60 Hz), a partir de la imagen adquirida justo después de la descarga del flash. El experimento se repitió para 3 distancias diferentes (desde el borde del reflector concentrador a la superficie de la muestra 20 cm , 30 cm y 40 cm). Los resultados presentados se corresponden con un perfil horizontal desde el centro de la muestra, y están normalizados al máximo medido en el experimento realizado a 20 cm . De este experimento se extrae que la distribución del flash tiene una uniformidad de un 1 % en un radio de $\sim 40 mm$ a 20 cm , de $\sim 60 mm$ a 30 cm y de $\sim 100 mm$ a 40 cm .

Como análisis adicional, es relevante mencionar que los resultados de distribución de densidad de energía obtenidos en estos experimentos son consistentes con los resultados publicados por Krankenhagen et al. [125], donde se propone un método de

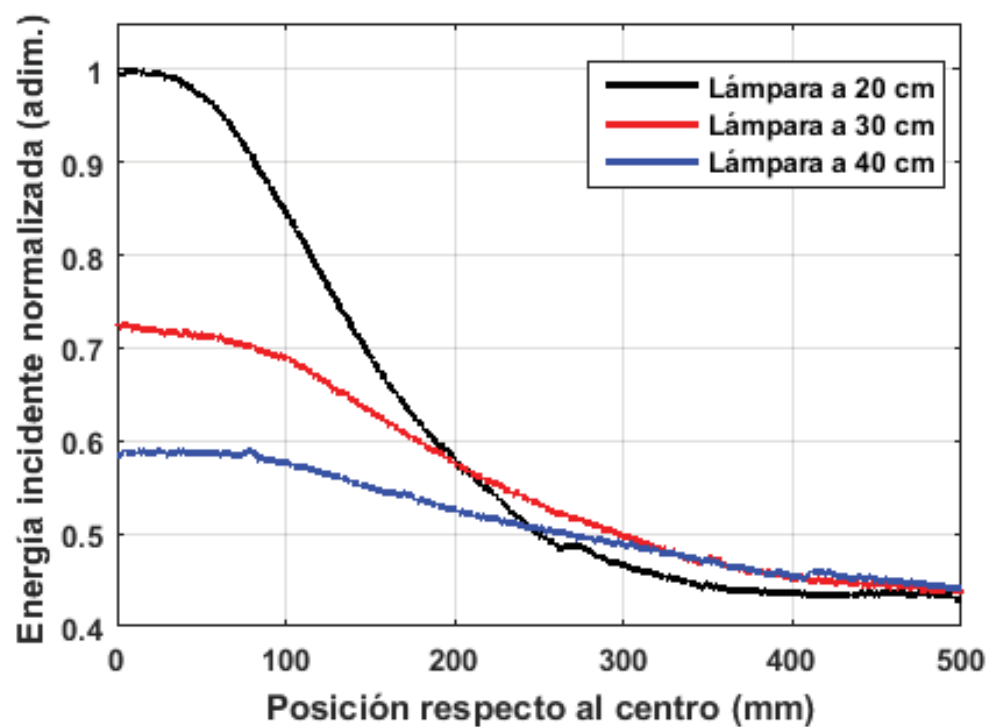


Figura 7.9: Perfiles de la distribución de energía depositada por el flash para tres distancias entre flash y muestra. Los resultados presentados se corresponden con la mitad horizontal desde el centro de la muestra. Los perfiles están normalizados al máximo medido en el experimento realizado a 20 cm.

caracterización alternativo de este tipo de lámparas.

7.7 Incertidumbre en la obtención de los parámetros térmicos

En esta sección se presentan los resultados de un análisis de incertidumbres para la medida de los parámetros térmicos (difusividad térmica, calor específico y conductividad térmica) obtenidos mediante el método flash adaptado a materiales compuestos CFRP sometidos a fuego. Para ellos se han seguido las reglas generales para la evaluación y expresión de la incertidumbre en la medida [126], y las investigaciones previas en esta cuestión realizadas por [127] y [128].

7.7.1 Incertidumbre en la difusividad térmica

La estimación de difusividad térmica usando el método flash se basa en el conocimiento del espesor de la muestra y de la forma del perfil de incremento de temperatura frente al tiempo en la cara trasera. Las fuentes de incertidumbre están por lo tanto ligadas con la medida de uno y otro. Otros fenómenos, como el efecto finito del pulso, el calor no uniforme, y las pérdidas de calor por enfriamiento, son también fuentes de incertidumbre. A continuación se estima y discute individualmente cada una de ellas.

Espesor de la muestra

El espesor de la muestra se mide con un calibre con una precisión de 0.03 mm . Para una muestra de espesor $L = 2,5\text{ mm}$ (del orden de la mayoría de muestras utilizadas en este trabajo), la incertidumbre sería del 2 %. La difusividad térmica está relacionada con el cuadrado del espesor de la muestra, por lo que:

$$\frac{\Delta\alpha}{\alpha} = 2 \cdot \frac{\Delta L}{L} \quad (7.28)$$

Los errores asociados con la medida del espesor suponiendo un espesor $L = 2,4\text{ mm}$ y una difusividad térmica $\alpha = 1 \cdot 10^{-7}$ suponen una incertidumbre en la difusividad térmica $\Delta\alpha = 2 \cdot 10^{-9}\text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, es decir un 2 %.

La expansión térmica del material durante el ensayo introduciría otra fuente de incertidumbre que debería ser tomada en cuenta. Dado que el procedimiento utilizado sólo realiza medidas a temperatura ambiente, y el incremento de temperatura por el flash es $< 10^\circ\text{C}$, no se considera el error asociado a la expansión térmica de la muestra.

Temperatura absoluta de la muestra

La obtención de la difusividad térmica no requiere la medida de la temperatura absoluta de la muestra, sólo incremento. Lo significativo en relación a la difusividad es conocer la temperatura de la muestra para asociar el cambio de la difusividad con la temperatura. En esta parte del trabajo sólo se miden las propiedades térmicas a temperatura ambiente; la estimación del valor de la difusividad térmica a las temperaturas de ensayos a fuego se presentará en los capítulos 9 y 10, mediante un método de medida *in-situ* basado en el sistema de dos cámaras desarrollado. Por lo tanto, en esta parte no es relevante el conocimiento de la temperatura de la muestra.

Por otro lado, la fiabilidad de la medida de difusividad térmica sí depende de la estabilidad de la temperatura ambiente, que en el laboratorio es de $\pm 2^{\circ}\text{C}$. Además, para mayor fiabilidad, se monitoriza la temperatura de la cara trasera de forma continua antes de cada ensayo; y éste no se lleva a cabo hasta que una estabilidad de $\pm 1^{\circ}\text{C}$ en la cara trasera de la muestra es obtenida durante un intervalo mínimo de 5 minutos antes del ensayo.

No linealidad del detector en la medida

En la medida es importante asegurar que el detector está configurado para trabajar dentro del intervalo lineal donde la respuesta del detector es directamente proporcional a la radiación incidente. Dado que las medidas realizadas se corresponden con incrementos de temperatura menores de 10°C , las no linealidades del detector pueden ser despreciadas (simplemente se debe asegurar que el detector está configurado para mantener dentro de su rango dinámico la temperatura de la muestra antes y durante el ensayo, consiguiendo la mejor sensibilidad en la medida).

Resolución temporal y origen de tiempos

Como la medida de la difusividad térmica está basada en el análisis del incremento de la temperatura frente al tiempo, la precisión y fiabilidad de la escala temporal es esencial. La escala de tiempos tiene una relación proporcional a la difusividad térmica, por lo que:

$$\frac{\Delta\alpha}{\alpha} = \frac{\Delta t}{t} \quad (7.29)$$

La resolución temporal en la medida de ensayos a flash es de 15 Hz (se puede conseguir hasta 60 Hz), por lo que $\Delta t = 0,07\text{ s}$.

Ya que $t_{0,5}$ (tiempo a mitad del incremento máximo) es el tiempo característico para el cálculo de la difusividad por el método de Parker, se toma éste como referencia

para la estimación de la incertidumbre. Suponiendo un espesor $L = 2,4\text{mm}$ y una difusividad térmica $\alpha = 1 \cdot 10^{-7}$, $t_{0,5} = 0,14 \cdot \frac{L^2}{\alpha} = 8,06\text{s}$. Con estos valores se obtiene $\Delta\alpha = 2 \cdot 10^{-10} \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ (0.2 %).

El origen de tiempo se toma en el instante que se produce el pulso flash; sin embargo, el pulso no es una delta de Dirac perfecta y tiene un ancho específico. En nuestro caso el pulso de la lámpara flash tiene un ancho de $\approx 100\text{ms}$, con una distribución similar a una gaussiana simétrica. Esta duración del flash, comparada con la lenta respuesta de la muestra, permite considerar el flash como una delta de Dirac desde el punto de vista del modelo de la respuesta en la cara trasera, pero debe determinarse un origen de tiempos para realizar los cálculos. Se ha determinado el origen de tiempos a la mitad del ancho del pulso, lo que proporciona $\Delta\alpha = 6 \cdot 10^{-10} \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ (0.6 %).

Calentamiento no uniforme e inhomogeneidad de la muestra

En la sección 7.6 se realizó una caracterización de la lámpara que se utiliza en los experimentos del método flash. En este contexto se encontró que la distribución de potencia de la lámpara flash sobre una superficie situada a 20cm tenía una uniformidad del 1 % en un radio de 40mm . Teniendo en cuenta que la caracterización se realiza sobre regiones cuadradas entre 1 y 3mm de lado (entre 1 y 4 píxeles), la uniformidad de la lámpara utilizada es suficiente para despreciar esta fuente de incertidumbre.

La inhomogeneidad de la muestra y la incertidumbre asociada se tratará en la sección 8.2, una vez presentados los resultados de la caracterización después del ensayo a fuego.

Pérdidas por enfriamiento

Para corregir el efecto de las pérdidas por enfriamiento se ha desarrollado la adaptación del método flash presentada en la sección 7.5, y que está basada en el ajuste de la evolución de la temperatura frente al tiempo tras el flash con la una función teórica que considera las pérdidas por enfriamiento. Se supone que tras el ajuste, la incertidumbre está ligada a la precisión de dicho ajuste.

El número de iteraciones en la función de ajuste depende de los criterios de parada y las tolerancias definidas previamente. La tolerancia es un umbral el cual, si se sobrepasa, finaliza el proceso de ajuste. En la función *fminsearch* de MATLAB [74] utilizada para el ajuste, se evalúan tres parámetros en cada iteración para decidir si el proceso se finaliza:

- *TolX*: es un límite para el tamaño mínimo del paso en el parámetro de entrada del ajuste (en nuestro caso Bi y α) entre una iteración y la siguiente. Se obtiene

como la norma de $(x_i - x_{i+1})$ siendo x_i el valor del parámetro en la iteración actual y x_{i+1} en la iteración siguiente. El proceso indica como satisfecho el criterio cuando se requiere llevar a cabo un paso menor que $TolX$ para seguir reduciendo la función objetivo del ajuste.

- *TolFun*: es el límite inferior para el cambio en el valor de la función objetivo del ajuste (en nuestro caso es el error cuadrático medio entre el perfil experimental y el simulado). La condición a cumplir es que $|f(x_i) - f(x_{i+1})| < TolFun$. *TolFun* se ha fijado como $1 \cdot 10^{-9}$ tras comprobar en la práctica que asegura un ajuste preciso, y en base a la precisión del tipo de dato flotante (32 bits) utilizado en los parámetros.
- *MaxIter*: Es un límite en número de iteraciones máximas a realizar.

El proceso de ajuste finaliza cuando se satisfacen ambos criterios $TolX$ y $TolFun$. Por otro lado, *MaxIter* genera una parada inmediata y se indica que el proceso no ha satisfecho las condiciones prefijadas.

$TolX$ se ha fijado en $1 \cdot 10^{-4}$ (para la evaluación de $TolX$, los valores de α son multiplicados $\times 10^7$ para que estén en el orden de magnitud de los valores de Bi). Por lo tanto:

$$TolX = \sqrt{(Bi_i - Bi_{i+1})^2 + ((\alpha_i - \alpha_{i+1}) \cdot 10^7)^2} = 1 \cdot 10^{-4} \quad (7.30)$$

Según lo cual, la incertidumbre máxima en α se dará cuando $Bi_i - Bi_{i+1} = 0$, quedando $\Delta\alpha = 1 \cdot 10^{-11}$ (0.01 %).

Combinación de las incertidumbres

La tabla 7.1 resume las estimaciones de las incertidumbres en función de la fuente error.

Considerando que no hay correlación entre las fuentes de incertidumbre por lo que la incertidumbre de la medida de difusividad térmicas se obtiene a partir de la suma de los cuadrados de los valores de los límites de incertidumbre individuales. Lo que resulta en una incertidumbre del 2,1 % asociada a los experimentos por el método flash desarrollado.

7.7.2 Incertidumbre en el calor específico volumétrico

El calor específico volumétrico, como se expresa en la ecuación 7.5, se obtiene a partir de la potencia del flash absorbida por el material, el incremento máximo de temperatura y el espesor de la muestra: $c_p\rho = \frac{Q}{L\Delta T_{max}}$. La incertidumbre ($\Delta c_p\rho$) en la

Tabla 7.1: Fuentes de incertidumbre y su estimación en la medida de la difusividad térmica (α) mediante el método flash desarrollado.

Fuente de incertidumbre	Límite de incertidumbre (%)
Espesor de la muestra	2
Temperatura absoluta de la muestra	Despreciable
No linealidad del detector en la medida	Despreciable
Resolución temporal	0.2
Origen de tiempo	0.6
Pérdidas por enfriamiento (método de ajuste)	0.01
$\Delta\alpha$	2.1

medida del calor específico volumétrico se obtiene mediante propagación de errores de medidas indirectas, a partir de la siguiente expresión:

$$\Delta c_p \rho = \frac{1}{L \Delta T_{max}} \Delta Q + \left| -\frac{Q}{L^2 \Delta T_{max}} \right| \Delta L + \left| -\frac{Q}{L \Delta T_{max}^2} \right| \Delta(\Delta T_{max}) \quad (7.31)$$

Donde ΔQ es la incertidumbre en la calibración de la energía absorbida de la lámpara, que en la sección se estimo como $\pm 500 J \cdot m^2$; ΔL es la incertidumbre en la medida del espesor de la muestra, que se estimó en la sección anterior como $0.05 mm$; finalmente $\Delta(\Delta T_{max})$ es la incertidumbre en la medida del incremento de temperatura máximo en la cara trasera durante el experimento de flash. Tras la corrección de las pérdidas por enfriamiento, $\Delta(\Delta T_{max})$ se considera igual a la NETD de la cámara que se estima por el fabricante como máximo en $40 mK$ cuando se mide a $30 ^\circ C$. El valor de Q se midió como $6000 J \cdot m^2$ en la sección 7.6; se toma $L = 2,5 mm$, y tomando un $\Delta T_{max} = 2 ^\circ C$, se obtiene un valor de $c_p \rho = 1,2 \cdot 10^6 J \cdot K g^{-1} \cdot K^{-1}$ (en el orden de magnitud de los medidos en los materiales compuestos CFRP caracterizados en este trabajo) y una incertidumbre asociada $\Delta c_p \rho = 148 \cdot 10^3$ (12 %).

7.7.3 Incertidumbre en la conductividad térmica

Según se describe en la ecuación 7.6, la conductividad térmica (κ) es función de la difusividad térmica y del calor específico volumétrico: $\kappa = \alpha c_p \rho$. La incertidumbre ($\Delta \kappa$) en la medida de la conductividad térmica se obtiene mediante propagación de errores de medidas indirectas, a partir de la siguiente expresión:

$$\Delta \kappa = c_p \cdot \rho \cdot \Delta \alpha + \alpha \Delta c_p \rho \quad (7.32)$$

Donde $\Delta\alpha$ es la incertidumbre en la medida de α (obtenida anteriormente, sección 7.7.1) y $\Delta c_p\rho$ es la incertidumbre en el calor específico volumétrico (obtenido en la sección 7.7.2). Se supone un valor de α típico de $1\cdot 10^{-7} m^2\cdot s^{-1}$, con una incertidumbre asociada del 2,1 % ($2,1\cdot 10^{-9} m^2\cdot s^{-1}$); de igual forma se utiliza otro $c_p\rho$ típico de $1,2\cdot 10^6 J\cdot m^{-3}\cdot K^{-1}$, que en la sección 7.7.2 proporcionó un $\Delta c_p\rho = 148\cdot 10^3$. Con estos valores se obtiene una incertidumbre asociada $\approx 15\%$ en la obtención de la conductividad térmica.

Medida de las propiedades térmicas antes y después de la quema

En esta sección se presentan los resultados de aplicar las herramientas y técnicas descritas en el capítulo 7. Para los experimentos se ha elegido un juego de probetas con las características típicas en aplicaciones aeronáuticas. Las probetas son planas, con una forma rectangular, y están fabricadas de una resina termoestable (resina epoxi) reforzada con laminas de fibra de carbono. El numero de capas de las muestras es doce, todas orientadas en la misma dirección de 45° respecto a los bordes de la probeta. Las dimensiones son $300 \times 440 \times 2,4 \text{ mm}^3$. La densidad del material es $1400 \pm 30 \text{ Kg}\cdot\text{m}^{-3}$.

8.1 Propiedades térmicas frente al tiempo de quema

La tabla 8.1 muestra los valores de las propiedades térmicas, medidas mediante el método flash adaptado (descrito en la sección 7.5) en varias muestras, nominalmente idénticas. En primer lugar las medidas fueron realizadas sobre las tres muestras vírgenes (análisis prequema). Para todos los experimentos prequema, el tiempo a la mitad del máximo y el incremento máximo de temperatura medidos fueron respectivamente $t_{0,5} \approx 1,7 \text{ s}$ y $\Delta T_{medido} \approx 1,8^\circ\text{C}$, que tras la corrección de los efectos de enfriamiento dio $\Delta T_{corregido} \approx 1,9^\circ\text{C}$.

Posteriormente, cada muestra fue sometida a diferentes ensayos a fuego, durando respectivamente, 30 segundos (muestra 1), 80 segundos (muestra 2), y 10 minutos

(muestra 3). Las duraciones fueron definidas con el objetivo de analizar los efectos sobre las propiedades térmicas de los diferentes estadios de degradación. En estas muestras, tras aproximadamente dos minutos de exposición a llama se alcanza en ambas caras un estado cuasi-estacionario, y diez minutos de exposición a fuego son suficientes para alcanzar el máximo estadio de degradación observado en los ensayos a fuego de la norma ISO-2685 en la zona central.

Tras los ensayos a fuego, las propiedades térmicas fueron medidas otra vez cuando las muestras se habían enfriado hasta la temperatura ambiente (análisis posquema). Las medidas con el método flash adaptado fueron realizadas sobre la región con mayor impacto de llama y más degradada en cada ensayo. A título informativo, para las muestras quemadas el tiempo a la mitad del máximo y el incremento máximo de temperatura medidos varió desde $t_{0,5} \approx 8,4 \text{ s}$ y $\Delta T_{\text{medido}} \approx 1,6^\circ\text{C}$ para la muestra 1, a $t_{0,5} \approx 17,4 \text{ s}$ y $\Delta T_{\text{medido}} \approx 1,4^\circ\text{C}$ para la muestra 3. La corrección de los efectos de convección adquiere mayor importancia cuanto más quemada esté la muestra, para la muestra 1 $\Delta T_{\text{corregido}} \approx 1,9^\circ\text{C}$ y para la muestra 3 $\Delta T_{\text{corregido}} \approx 2,2^\circ\text{C}$.

Tabla 8.1: Resumen de los resultados de la caracterización de las propiedades térmicas (α = difusividad térmica, κ = conductividad térmica, ρC_p = capacidad calorífica volumétrica). Las propiedades fueron obtenidas mediante el método flash adaptado (sección 7.5) en la región en la que la llama generaba la máxima temperatura durante el ensayo, para tres muestras con diferentes tiempos de exposición a fuego: 30 s para la muestra 1, 80 s para la muestra 2, y 10 minutos para la muestra 3. De forma adicional se presentan los valores de Bi proporcionados por el método de ajuste para evaluar las pérdidas de calor por enfriamiento en cada experimento (sección 7.4).

	α [$10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$]	Bi [adim.]	ρC_p [$10^6 \text{ J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{m}^{-3}$]	κ [$\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$]	$T_{\text{max.}}^{\text{c. llama}}$ [$^\circ\text{C}$]	$T_{\text{max.}}^{\text{c. tras.}}$ [$^\circ\text{C}$]
Parámetros prequema						
Muestra 1	$5,9 \pm 0,1$	0.032	$1,2 \pm 0,1$	$0,7 \pm 0,1$		
Muestra 2	$5,9 \pm 0,1$	0.054	$1,2 \pm 0,1$	$0,7 \pm 0,1$		
Muestra 3	$5,7 \pm 0,1$	0.048	$1,2 \pm 0,1$	$0,7 \pm 0,1$		
Parámetros posquema						
Muestra 1	$1,10 \pm 0,03$	0.14	$1,1 \pm 0,1$	$0,13 \pm 0,02$	630	250
Muestra 2	$0,58 \pm 0,01$	0.35	$1,1 \pm 0,1$	$0,07 \pm 0,01$	750	330
Muestra 3	$0,48 \pm 0,01$	0.42	$1,1 \pm 0,1$	$0,05 \pm 0,01$	810	380

El hecho más remarcable sobre la Tabla 8.1 es el cambio en los valores de difusividad y de conductividad para todas las muestras quemadas en relación a su estado original. Una exposición de sólo 30 s a fuego (Muestra 1), tiempo elegido para mantener la cara trasera por debajo de la temperatura de descomposición del polímero, es suficiente para reducir α y κ por un factor de 5. Este cambio tan drástico es explicable cuando se observan las temperaturas en la cara de la llama durante el test, también mostrados en la tabla 8.1. Los parámetros térmicos proporcionados por el método flash, son

efectivos para todo el espesor de la muestra, y en el caso de las muestras 1 y 2 esto incluye regiones de diferente degradación: máxima cerca de la cara de la llama, baja cerca de la cara trasera y media en capas intermedias. Según el tiempo de quema aumenta, la proporción del espesor que se corresponde con una fuerte degradación aumenta y por lo tanto los valores de α y κ decrecen. Por lo tanto, para la muestra 3, donde el espesor completo ha superado temperaturas de degradación, los valores de difusividad y conductividad decrecen por un factor de más de 10 comparado con el estado original. Por otro lado, los efectos del fuego en el calor específico volumétrico son bajos.

El efecto de las pérdidas de calor en el método flash es evaluado en la Tabla 8.2, donde se muestran los errores relativos entre los parámetros no corregidos comparados con los parámetros corregidos. Los valores corregidos son más bajos para todos los parámetros. Como era de esperar, las correcciones son más significativas en las muestras quemadas, ya que tienen valores de Bi más altos debido a la reducción del valor de κ ; este efecto se incrementa con el tiempo de quema, y por lo tanto las diferencias más grandes se encuentran en la muestra 3. El efecto de pérdidas de calor es más significativo para ρc_p que para α , debido a la gran influencia de Bi en la corrección de ΔT (ver Figura 7.5 en la sección 7.5). No obstante, la diferencia más alta se observa en κ , donde el valor corregido es prácticamente la mitad que el no corregido en la muestra 3 posquema (90 %), debido al efecto acumulativo de las correcciones para α y ρc_p utilizados en su cálculo.

Tabla 8.2: El efecto de las pérdidas de calor en el método flash. Cada columna presenta el valor absoluto de la diferencia entre el parámetro no corregido y corregido, expresado como una ratio (en %) relativa al parámetro corregido.

Experimento	α [%]	ρc_p [%]	κ [%]
Parámetros prequema			
Muestra 1	1.1	5.5	4.3
Muestra 2	1.2	8.9	7.6
Muestra 3	0.5	7.9	7.4
Parámetros posquema			
Muestra 1	9.6	21.7	34.5
Muestra 2	9.3	67.4	83.0
Muestra 3	20.9	57.3	90.3

Además de los experimentos presentados en la Tabla 8.1, para estimar la dispersión de los parámetros obtenidos, el método de caracterización ha sido aplicado sistemáticamente sobre tres muestras de diferentes materiales antes y después de un ensayo a fuego de 15 minutos. Tres experimentos de caracterización por cada cara han sido realizados para cada muestra quemada y no quemada. Para cada una de las

muestras la dispersión entre los seis experimentos realizados antes del ensayo a fuego es para todos los parámetros $< 2\%$ sobre el valor medio. Para las muestras quemadas (en el punto donde la máxima temperatura fue alcanzada durante los ensayos a fuego), la dispersión entre los seis experimentos sobre cada muestra es $\sim 3\%$ para α , $\sim 6\%$ para κ , y $\sim 7\%$ para ρc_p .

Debe ser remarcado que con el método presentado en este capítulo todas las propiedades ópticas y térmicas son obtenidas a temperatura ambiente, y por lo tanto los valores podrían variar para las altas temperaturas alcanzadas durante los ensayos a fuego. Entre otros [2, 12, 63] han presentado medidas y modelos sobre composites con resinas epoxi, fenólicas y viniléster, donde la conductividad térmica a través del espesor varía debido a la temperatura entre el 20 % y el 100 %, en ausencia de cambio de fase en el material. Sin embargo, estos cambios son todavía pequeños comparados con el cambio que hemos encontrado de $\sim 1000\%$ relacionado con la degradación. Los valores a alta temperatura serán estimados en el capítulo 10 mediante las medidas obtenidas durante los ensayos a fuego con el sistema de dos cámaras desarrollado.

8.2 Propiedades térmicas frente a región superficial

Para evaluar con mayor evidencia la tendencia en la variación de α frente a la temperatura es necesario disponer de la información en más puntos. Para ello, se ha implementado el método flash adaptado sobre la superficie completa de la muestra después de la quema. Toda la información se ha obtenido en un único experimento de flash, que ha sido monitorizado con la cámara enfocando la cara opuesta a la excitada con flash. De este modo, analizando la respuesta de cada píxel en la cara trasera a la excitación flash obtendremos una imagen de la difusividad térmica de cada región de la muestra. Debido a que el procedimiento desarrollado para la obtención de la difusividad térmica no requiere el conocimiento de la potencia absorbida por la muestra, sólo es necesario asegurar la homogeneidad del calentamiento para minimizar la incertidumbre por transmisión de calor en el plano, como se mencionó en la sección 7.3. Con este fin, se han utilizado dos lámparas de flash situadas en paralelo. Las lámparas son del modelo *EH Pro 6000 de Hensel Stuiotechnik* que se caracterizaron en el apartado 7.6.

La Figura 8.1 presenta los valores de α efectivos a través del espesor obtenidos para varias zonas a lo largo del eje horizontal que atraviesa el centro de la muestra (región más dañada por la llama), y que se distribuyen desde el borde hasta el centro de la muestra. Cada dato presentado se corresponde con un área equivalente a $5 \times 5 \text{ mm}^2$. La frecuencia de adquisición en el ensayo fue de 13 Hz . En la Figura también se presentan, como líneas punteadas, los valores de difusividad térmica obtenidos antes y después

de la quema en la región de mayor impacto de llama (presentados anteriormente en la tabla 8.1). La variación espacial en la imagen de difusividad posquema es muy significativa: se alcanzan valores muy bajos de difusividad en el centro de la muestra, aproximadamente un orden de magnitud menores que el valor de prequema. Moviéndose hacia la periferia, α tiende a el valor del material no quemado aunque sin alcanzarlo. Esto parece indicar que incluso las regiones más periféricas estuvieron sometidas a temperaturas que generaron cierto grado de degradación a través del espesor.

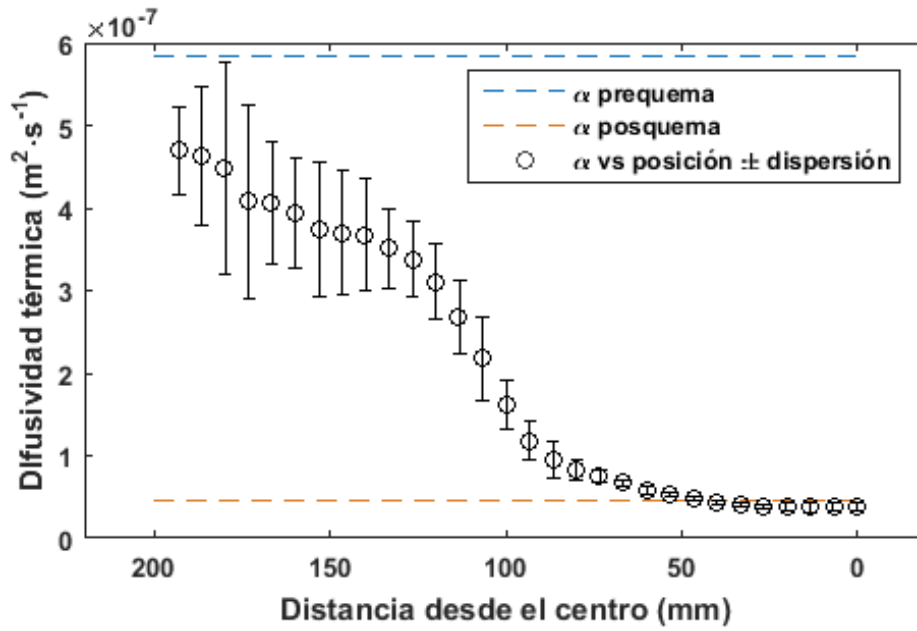


Figura 8.1: Valores de α obtenidos de aplicar el método flash adaptado en seis zonas a lo largo del eje horizontal de la probeta que pasa por el centro (región más dañada por la llama). También se presenta el valor de difusividad térmica obtenido antes y después de la quema en la región de mayor impacto de llama.

Ya hemos mencionado que para aumentar la homogeneidad del calentamiento se han utilizado dos lámparas, que por separado proporcionan, a 40 cm de distancia de la superficie calentada, una homogeneidad del 1 % en una región de radio $\sim 100 \text{ mm}$. Por otro lado, como se evidencia en la Figura 8.1, las muestras quemadas son altamente inhomogéneas a lo largo de la superficie, y esta inhomogeneidad podría llevar a errores similares a los producidos por la inhomogeneidad de la excitación. La incertidumbre relacionada con la inhomogeneidad observada en la muestra ha sido estudiada por medio de la simulación de un experimento específico de flash usando el software de elementos finitos COMSOL Multiphysics [129]. La muestra simulada tiene unas dimensiones de $300 \times 300 \times 2 \text{ mm}^3$. La conductividad térmica se ha cambiado a lo largo del plano desde $0.9 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ hasta $0.08 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ con una forma similar a la observada experimentalmente para la difusividad en la Figura 8.1. La capacidad

calorífica volumétrica ha sido fijada al valor de $1 \cdot 10^6 \text{ J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{m}^{-3}$. Con el fin de aislar efectos y simplificar la conclusión, el calentamiento del flash se ha supuesto uniforme en la superficie, y la simulación no tiene pérdidas de calor. El paso de tiempo en la simulación es de 0.05 s. El resultado muestra que el error en el parámetro α recuperado de esta simulación y que está asociado a la no uniformidad en el plano es $\sim 1,25 \%$. Por lo tanto, la fuerte no uniformidad en los parámetros físicos produce solamente pequeños errores en la medida de la difusividad.

8.2.1 Correlación entre las imágenes de temperatura máxima y difusividad térmica

La Figura 8.2 presenta, arriba, la imagen de difusividad de la muestra tras el ensayo a fuego de 10 minutos. Las imágenes de abajo se corresponden con el percentil 98 de temperatura ($T_{98\%}$) en las caras de la llama y trasera durante todo el ensayo a fuego. Se ha utilizado $T_{98\%}$ en vez del máximo para evitar valores atípicos generados por ruido en el ensayo. Cualitativamente se observa una fuerte correlación entre la difusividad en un punto y la máxima temperatura alcanzada en ese punto en ambas caras. En la imagen de difusividad térmica, se aprecia la gran reducción en el valor de α en las regiones más impactadas por la llama que fue observada en resultados anteriores. Llama la atención la región intermedia entre el centro y los bordes de la muestra, en la cual hay puntos con un valor de α más bajo que sus alrededores y que sugieren la presencia de una gran densidad defectos, que podrían ser de diferentes tipos como delaminaciones, vacíos o roturas. Esta región se extiende prácticamente hasta el borde de la muestra en ciertas regiones, quedando libre de estos defectos únicamente las esquinas.

La correlación entre α y la temperatura se explora en mayor profundidad en la Figura 8.3, donde se presenta un diagrama de dispersión del valor de difusividad posquema para todos los puntos de la imagen de la Figura 8.2, frente a la temperatura máxima medida ($T_{98\%}$) que alcanzó cada punto en la cara de la llama y la cara trasera. En el diagrama los datos de α se agrupan en líneas paralelas horizontales que son más visible en valores altos, esto se debe al paso del muestreo de la difusividad térmica en el método de ajuste. De la Figura 8.3 se puede extraer gran cantidad de información relacionada con el estado de la muestra tras el ensayo a fuego y su relación con las temperaturas alcanzadas durante el ensayo. Las características encontradas más significativas son expuestas a continuación:

- Existe una primera agrupación de píxeles con un valor de α similar al medido en prequema (Región 1). Son un 10 % de píxeles con un valor de $\alpha = 5,8 \cdot 10^{-7} \pm$

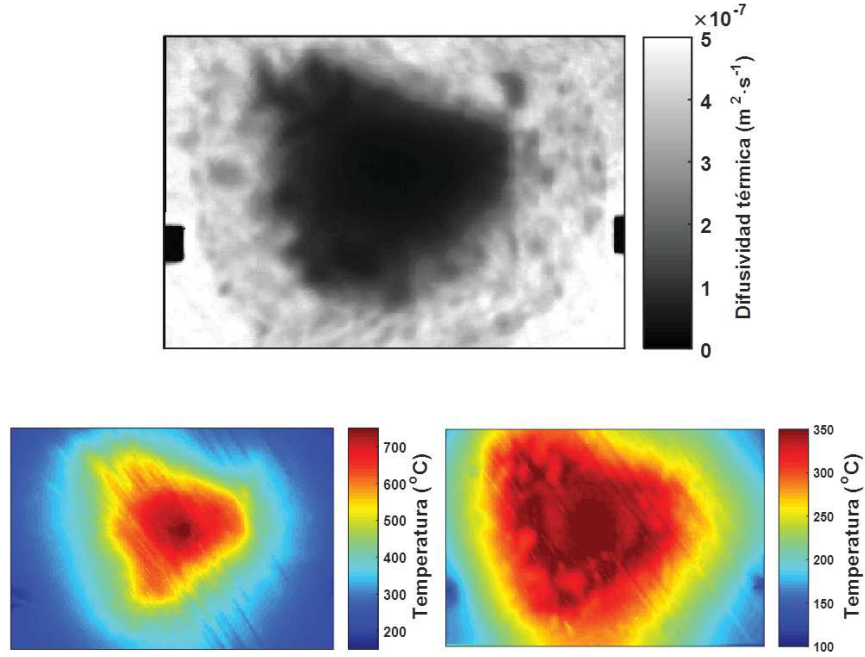


Figura 8.2: Arriba: imagen de la difusividad térmica efectiva a través del espesor obtenida con el método flash en una muestra después de ser ensayada a fuego durante 10 minutos. Abajo: valores del percentil 98 ($T_{98\%}$) de las temperaturas alcanzadas en la cara de la llama (izquierda) y trasera (derecha) durante el ensayo a fuego.

$2\% m^2 \cdot s^{-1}$, que corresponden a temperaturas de hasta $T_{98\%}^{c.llama} = 257^\circ C$ en la cara de la llama y $T_{98\%}^{c.trasera} = 184^\circ C$ en la cara trasera.

- A partir de las temperaturas máximas $T_{98\%}^{c.llama} \sim 257^\circ C$ y $T_{98\%}^{c.trasera} \sim 184^\circ C$, se inicia una tendencia descendente de α con la temperatura (Región 2). Esta tendencia mantiene una pendiente aproximadamente constante en cada cara:

- Cara de llama: $\approx -1 \cdot 10^{-9} [m^2 \cdot s^{-1} \cdot ^\circ C^{-1}]$.
- Cara trasera: $\approx -2 \cdot 10^{-9} [m^2 \cdot s^{-1} \cdot ^\circ C^{-1}]$.

Estas pendientes se mantienen hasta valores de $\alpha \sim 1,0 \cdot 10^{-7} m^2 \cdot s^{-1}$, correspondientes con $T_{98\%}^{c.llama} \sim 450^\circ C$ y $T_{98\%}^{c.trasera} \sim 330^\circ C$. Estos puntos representan aproximadamente un 70 % de los píxeles de toda la imagen.

- A continuación, se observa una nueva tendencia en la que las pendientes (α vs. $T_{98\%}$) de cara caliente y cara fría comienzan a diferenciarse claramente entre sí (Región 3). Los valores son

- Cara de llama: $-2 \cdot 10^{-10} [m^2 \cdot s^{-1} \cdot ^\circ C^{-1}]$ (menor que la obtenida en la Región 2).

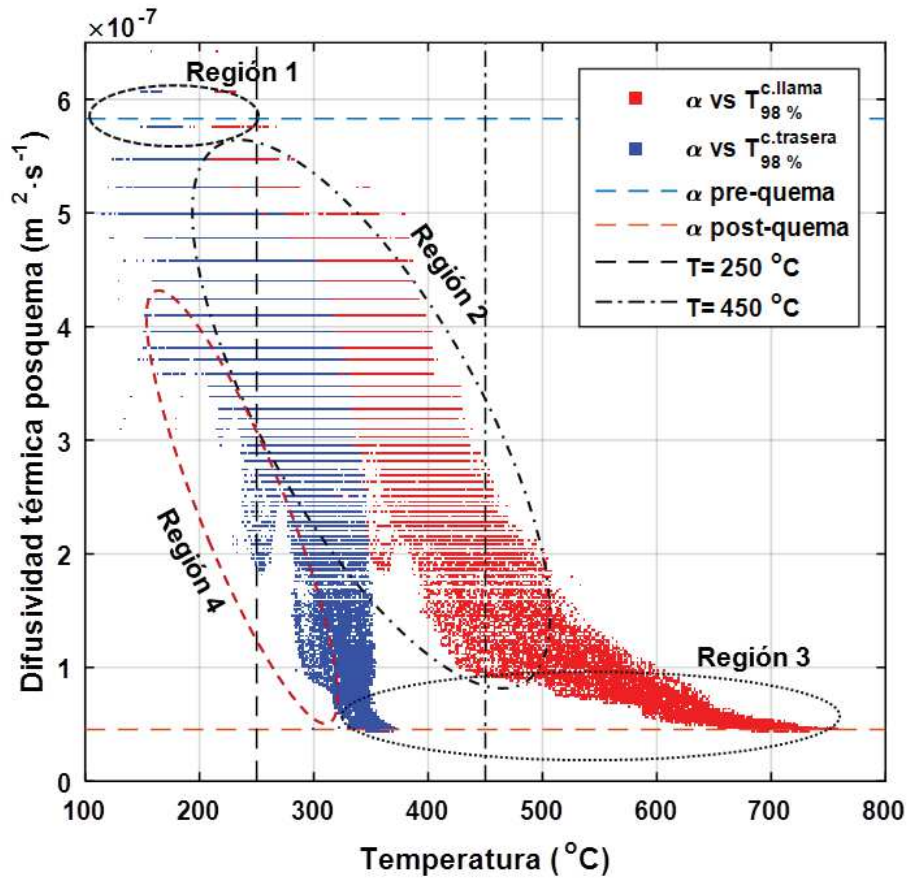


Figura 8.3: Diagrama de dispersión del valor de difusividad térmica para todos los puntos de la imagen de la Figura 8.2 frente a la temperatura que alcanzó cada punto en el estado estacionario medido en la cara de la llama y la cara trasera. El diagrama se complementa con marcas y referencias relativas a la descripción del resultado realizada en el texto.

- Cara trasera: $-6 \cdot 10^{-9} [m^2 \cdot s^{-1} \cdot ^\circ C^{-1}]$ (mayor que la obtenida en la región 2).

La temperatura a la que se produce el cambio de tendencia presenta una dispersión elevada para la cara de llama, dándose en un rango de temperaturas entre aproximadamente $425^\circ C$ y $525^\circ C$. Los puntos correspondientes a esta tendencia representan aproximadamente un 15 % de los píxeles de toda la imagen.

- A partir del valor de $\alpha \sim 0,5 \cdot 10^{-7} m^2 \cdot s^{-1}$ los valores de difusividad frente a la temperatura inician una tendencia hacia la estabilización (pendiente ≈ 0). El valor de difusividad se estabiliza alrededor de un mínimo $\alpha = 4,5 \cdot 10^{-8} m^2 \cdot s^{-1}$ (similar al valor obtenido en el análisis posquema, Tabla 8.1), a partir de aproximadamente $700^\circ C$ para la cara de la llama, y $350^\circ C$ para la cara trasera. Estos puntos representan aproximadamente un 5 % de los píxeles de toda la imagen.
- A lo largo de todo el diagrama de dispersión se encuentran regiones con valores de difusividad térmica anómalamente baja en relación a la temperatura que alcanzaron durante el ensayo (Región 4).

A la hora de analizar el diagrama de la Figura 8.3 y los valores obtenidos, se deben tener en consideración una serie de factores relevantes ya comentados, y que se recopilan a continuación:

- El valor de α presentado es efectivo para el espesor.
- Como se concluyó en la sección anterior 8.1, el valor de la difusividad térmica incluye información sobre la degradación del material por efecto del fuego.
- Como se introdujo en la sección 2.1, a las temperaturas obtenidas en el ensayo a fuego, los principales procesos de degradación en el material son:
 1. La pirólisis de la matriz polimérica, que se descompondrá en gases hasta generar carbonilla. Un frente de pirólisis se propagará a lo largo del espesor cuando la temperatura alcance un determinado valor (T_{deg}). El valor de T_{deg} dependerá principalmente de la composición de la matriz, la fibra, las condiciones del fuego y el ritmo de calentamiento.
 2. La generación de defectos mecánicos, principalmente delaminaciones y roturas, por efecto del aumento de la presión interna debida a los gases producto de la pirólisis, y por la expansión térmica diferencial entre regiones de la muestra con diferentes ritmos de calentamiento.

- El frente de pirólisis, sobre todo al culminar en carbonilla, generará una barrera térmica (más aislante) que dificultará la transmisión del frente de calor procedente de la cara de la llama. Esta barrera térmica causará un “rebote térmico”, aumentando el flujo de calor hacia cara de la llama y reduciéndolo hacia las capas traseras.

Se ha observado que las regiones con difusividad térmica anómalamente baja mencionadas antes (Región 4) se corresponden con zonas de defectos producidos durante el ensayo. En la Figura 8.4 se muestra la imagen de $T_{98\%}^{c.trasera}$ con los píxeles que presentan este comportamiento anómalo clasificados en rojo (aproximadamente aquellos delimitados por la línea punteada en el gráfico a la derecha).

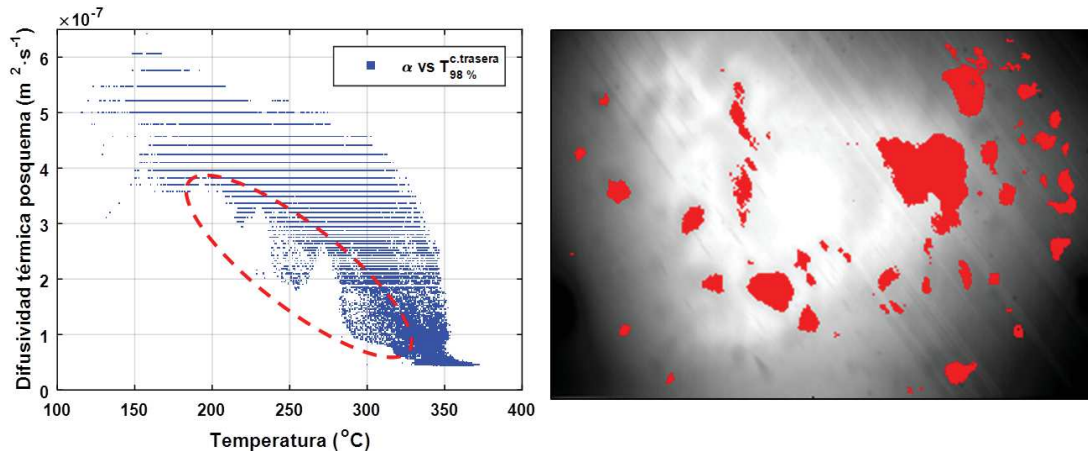


Figura 8.4: Izquierda: Diagrama de dispersión α frente a $T_{98\%}^{c.trasera}$, los píxeles delimitados dentro del área punteada presentan valores anómalos respecto a la tendencia general. Derecha: Imagen de $T_{98\%}^{c.trasera}$ con los píxeles que presentaban el comportamiento anómalo clasificados en rojo

Además de la clasificación de defectos, el diagrama debe permitirnos, teniendo en cuenta los puntos anteriormente enumerados, relacionar la disminución del valor de α en la muestra frente a $T_{98\%}$ y los cambios de tendencia observados, con las temperaturas críticas de los procesos de degradación del material, principalmente la temperatura del inicio de la pirólisis y la temperatura de su culminación en carbonilla. Debido a que la degradación del material comenzará en las capas más próximas a la llama, las temperaturas de cambio de tendencia observadas en la cara caliente, $T_{98\%}^{c.llama} \sim 250^\circ C$ y $T_{98\%}^{c.llama} \sim 450^\circ C$, deberían estar relacionadas con la activación o los cambios en los procesos de degradación del material. No obstante, debido al carácter efectivo en el espesor de nuestra medida y la complejidad del proceso, no es posible conocer si existe alguna región en la muestra en la que el nivel de degradación a través del espesor sea uniforme; de hecho, lo más probable, dado el gran salto

térmico medido entre ambas caras, es que en todas las regiones se puedan encontrar diferentes niveles de degradación a través del espesor.

8.2.2 Modelo de degradación a partir de los resultados experimentales

Con el fin de evaluar más objetivamente el resultado en la Figura 8.3 se han realizado una serie de simulaciones térmicas con el software de elementos finitos *COMSOL Multiphysics*. Se han realizado varios estudios sistemáticos del estado estacionario sobre una geometría tridimensional con las medidas de la muestra ensayada ($300 \times 440 \times 2,4 \text{ mm}^3$). La simulación permite definir el valor de la difusividad térmica en función de la temperatura de forma local en cada nodo del mallado.

Como condiciones de contorno de los modelos, se han utilizado los mapas de temperatura experimental $T_{98\%}$ medidos en las caras de llama y trasera. Los cantos de la geometría, que no corresponden a ninguna de las caras, se han simulado con una condición de contorno de enfriamiento por convección, con $h = 25 \text{ W} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{K}^{-1}$ y temperatura ambiente de 25°C .

Debido a las diferencia entre las dimensiones en el plano frente a la del espesor ha sido necesario un mallado específico de la placa. Se ha realizado un mallado triangular estándar a lo largo de las dimensiones en el plano, y un mallado específico a través del espesor de capas paralelas al plano de las caras delantera y trasera, usando 6 capas (la mitad de las capas totales en la placa de los experimentos); se probó el uso de 12 divisiones pero la simulación se estancó y no logró finalizar.

En una simulación en estado estacionario ($\frac{\partial T}{\partial t} = 0$) el calor específico volumétrico (ρc_p) no influye en el resultado, por lo que se mantiene invariable en su valor para la medida en prequema ($1,2 \text{ J} \cdot \text{Kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$). Por lo tanto, toda la variación del valor de la difusividad térmica con la temperatura recae en el valor de la conductividad térmica.

El modelo κ frente a T más coherente con los resultados experimentales ha sido el presentado en la Figura 8.6. Este modelo mantiene constante el valor de κ medido en prequema ($0,7 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) desde temperatura ambiente hasta $T = 250^\circ\text{C}$, que es aproximadamente la temperatura $T_{98\%}^{c.llama}$ observada en el diagrama de dispersión de la Figura 8.3 para el comienzo del descenso del valor de α desde su valor medido en prequema. Esta primera acumulación de puntos representaría por tanto a las regiones que no han sufrido degradación y mantienen sus propiedades de prequema. A partir de $\kappa = 0,7 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ y $T = 250^\circ\text{C}$ la conductividad decrece de forma lineal hasta el valor $\kappa = 0,02 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ para $T = 450^\circ\text{C}$, y a partir de entonces se mantiene constante. Se ha elegido $T = 450^\circ\text{C}$ en base al cambio de tendencia en la variación α frente $T_{98\%}^{c.llama}$ observado a esta temperatura en el resultado experimental de la Figura 8.3. La región de cambio lineal es una representación simplificada del proceso

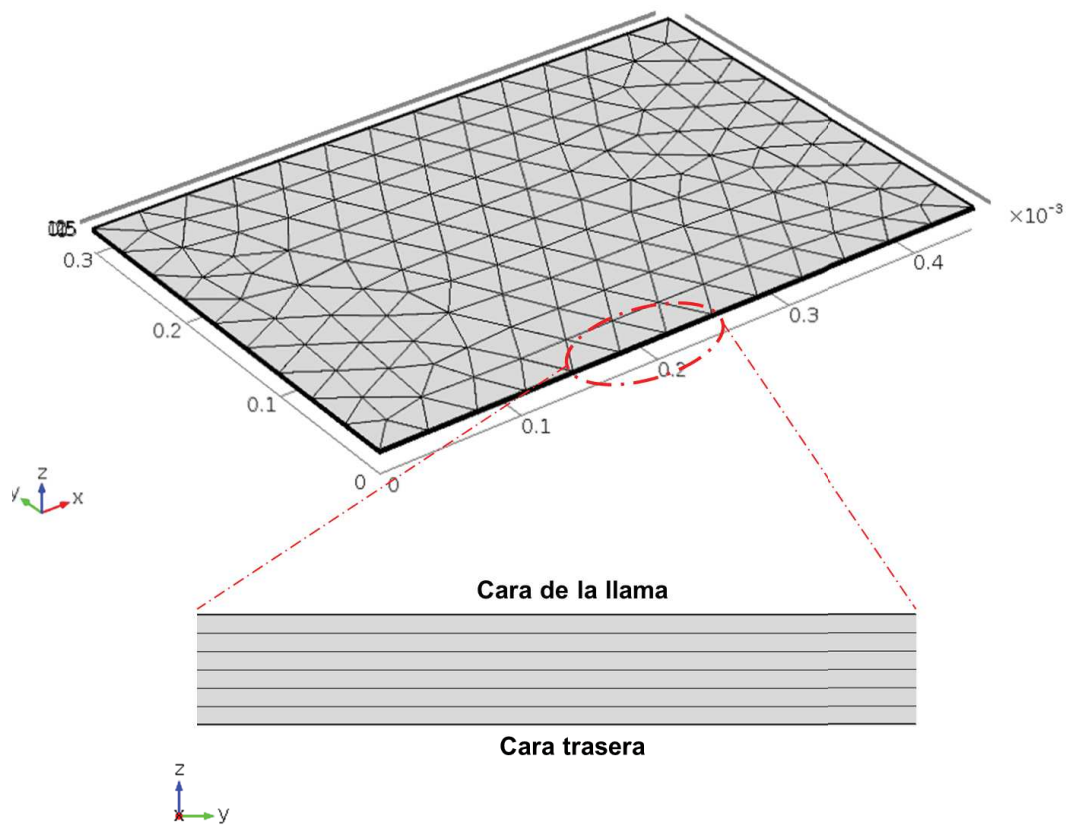


Figura 8.5: Geometría y mallado realizado para la simulación de la placa. Se realizó un mallado triangular estándar a lo largo de las dimensiones en el plano y un mallado específico de 6 capas paralelas al plano de las caras a través del espesor.

de degradación por pirólisis sufrido en el material entre estas temperaturas. Según este modelo, a partir de $T = 450^\circ\text{C}$ la degradación del material por pirólisis concluye en un estado final de carbonilla muy porosa y de fibra, de ahí la justificación del valor de $\kappa = 0,02 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, ya que son los valores de conductividad térmica del aire a temperatura ambiente [61], y también aproximadamente el de la carbonilla porosa tras la degradación completa del polímero según lo estimado por J. Staggs en [130] y [131].

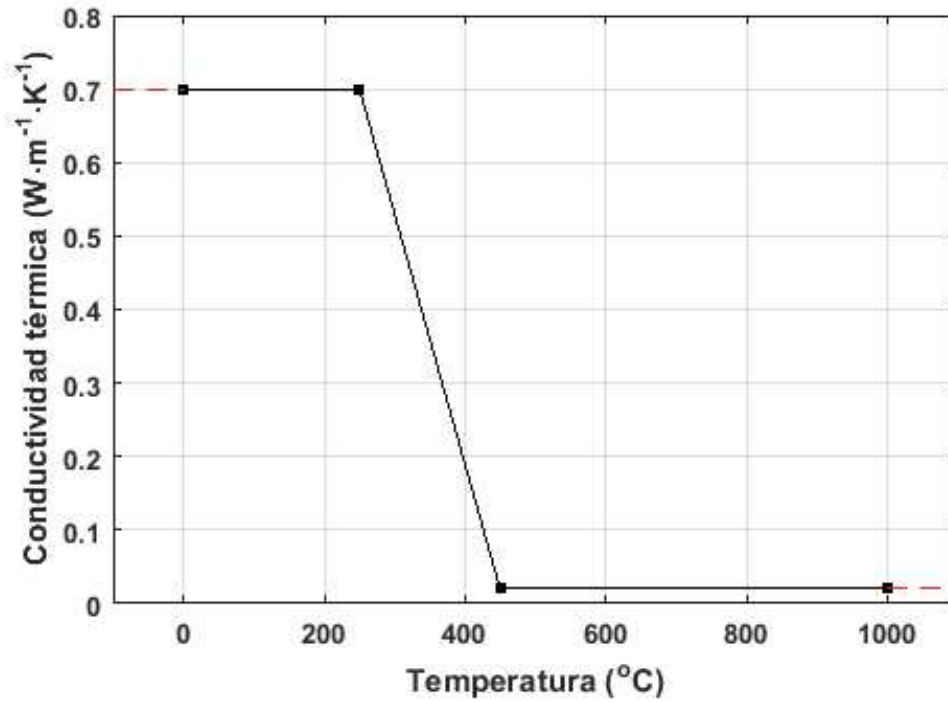


Figura 8.6: Modelo de variación de κ frente a T más coherente con los resultados experimentales.

Cuando se introduce esta dependencia de κ con la temperatura en el programa de elementos finitos, este reajusta la distribución interior de temperaturas (y consiguientemente de κ) hasta hacerla compatible con las condiciones de contorno, es decir, con las distribuciones de temperatura experimentales en ambas caras de la muestra. Se obtiene finalmente una distribución de temperaturas y por lo tanto de κ en cada uno de los nodos del mallado. De este modo se puede simular el efecto de la degradación localmente en las capas internas de la muestra.

Para comparar con los resultados obtenidos experimentalmente, es necesario calcular el valor de α efectivo en el espesor de la placa a partir de los resultados locales de la simulación. El valor efectivo de conductividad para el espesor $\kappa_{efectiva}$ se ha obtenido tratando el resultado en cada capa del mallado (κ_i) como resistencias térmicas (analogía térmico-eléctrica, $R_i = \frac{\text{espesor de capa}}{\kappa_i}$); y dado que cada capa de

mallado tiene el mismo espesor, se obtiene de la siguiente forma:

$$\frac{1}{\kappa_{efectiva}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{1}{\kappa_i} \quad (8.1)$$

Tras ello la difusividad térmica efectiva de la simulación se obtiene a partir de su definición $\alpha = \frac{\kappa}{\rho c_p}$. En la Figura 8.7 se presenta la imagen de difusividad térmica efectiva (α_{sim}) resultante de la simulación utilizando los cálculos y el modelo κ frente a T explicado anteriormente. Se observa un gran parecido cualitativo con el resultado de la imagen de difusividad térmica experimental ($\alpha_{exp.}$) presentado en la Figura 8.2.

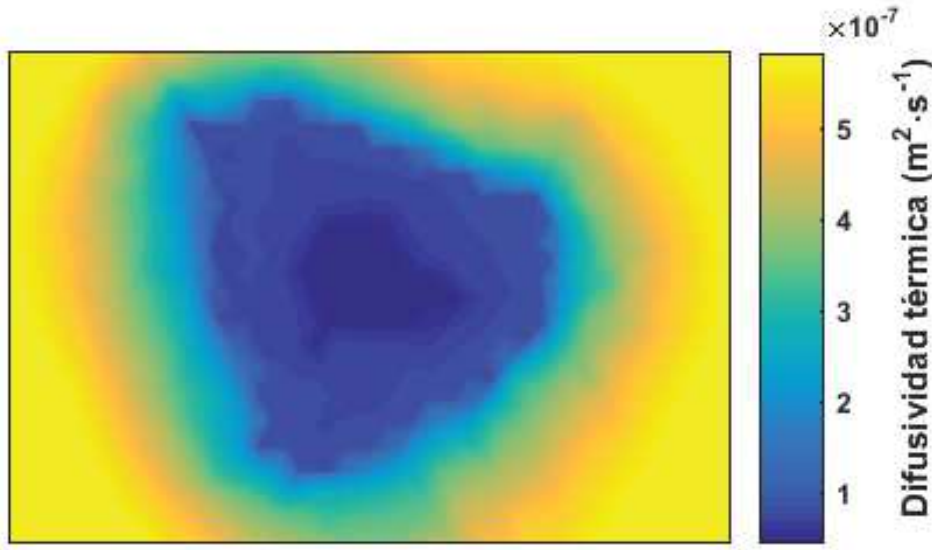


Figura 8.7: Imagen de difusividad térmica efectiva α_{sim} resultante de la simulación utilizando el modelo κ frente a T de la Figura 8.6.

Con el fin de realizar una comparación más cuantitativa, en la Figura 8.8 se presenta el diagrama de dispersión de $\alpha_{exp.}$ y α_{sim} frente a $T_{98\%}^{c.llama}$ y $T_{98\%}^{c.trasera}$, y se observa una buena correlación entre los respectivos diagramas. El diagrama α_{sim} frente a $T_{98\%}^{c.llama}$ reproduce bien el descenso de los valores de $\alpha_{exp.}$ a partir de $T_{98\%}^{c.llama} \approx 250^\circ C$, y también el cambio de tendencia a partir de $T_{98\%}^{c.llama} \approx 450^\circ C$. Igualmente, el diagrama $\alpha_{sim.}$ frente a $T_{98\%}^{c.trasera}$ reproduce el inicio del decrecimiento de $\alpha_{exp.}$ a partir de $T_{98\%}^{c.trasera} \approx 180^\circ C$ y la tendencia hacia la estabilización de los valores a partir de $T_{98\%}^{c.trasera} \approx 350^\circ C$. Llama la atención la menor dispersión de los valores de temperaturas de $\alpha_{sim.}$, dado que en ambos casos se han utilizado los resultados experimentales de $T_{98\%}$. Esto se debe a un cierto suavizado de la imagen generado por la introducción de los mapas experimentales de $T_{98\%}$ en la simulación; este proceso requiere pasar de una imagen en píxeles a una imagen mallada en elementos finitos y

deshacer de nuevo el procesado tras la simulación para realizar la comparación de la Figura 8.8.

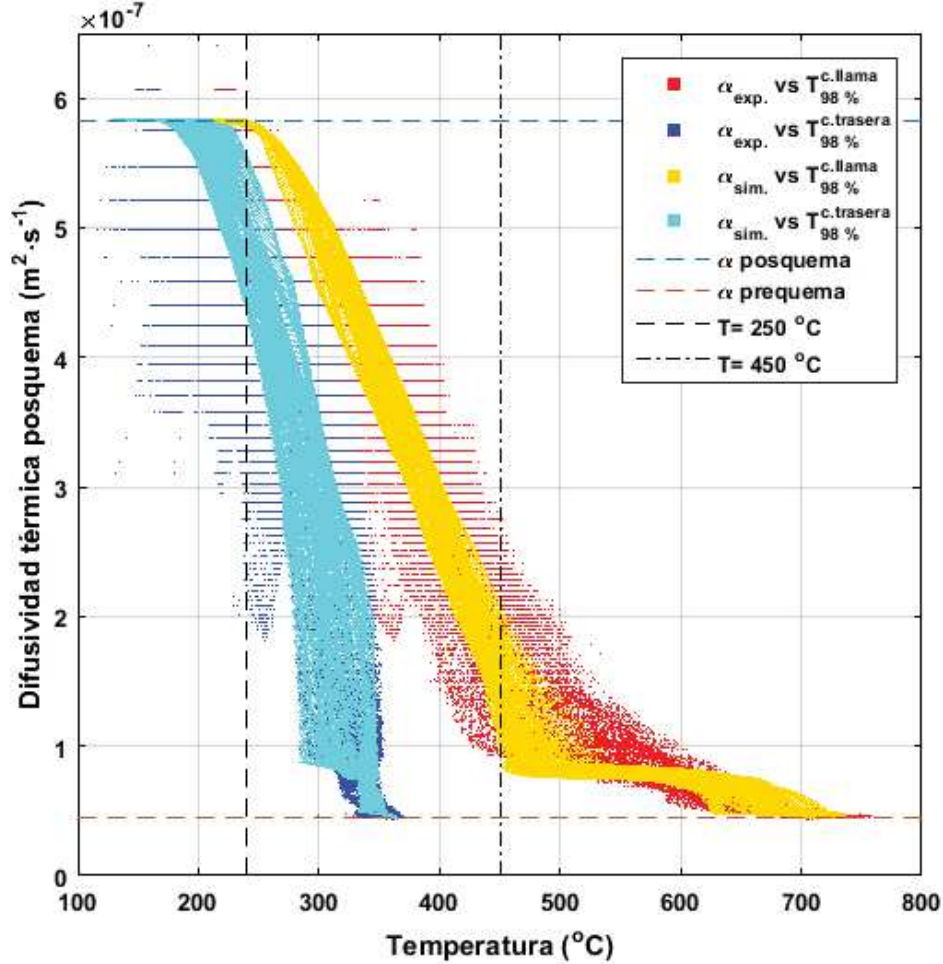


Figura 8.8: Diagrama de dispersión $\alpha_{exp.}$ y α_{sim} frente a $T_{98\%}^{c.llama}$ y $T_{98\%}^{c.trasera}$.

El resultado de la Figura 8.8 valida el modelo κ frente a T de la Figura 8.6 como una buena representación de la variación de las propiedades térmicas (α y κ) frente a la temperatura local del material. No se descarta que existan otros modelos que puedan ajustar el comportamiento $\alpha_{exp.}$ frente a $T_{98\%}$, pero un factor de confianza en la validez del modelo propuesto reside en su sencillez, que lo reduce a la definición de cuatro variables: las dos temperaturas de cambio, y las κ para el material no degradado y completamente degradado. Además, los valores de tres de las variables utilizadas se han obtenido directamente de un análisis de las medidas experimentales, y en el caso de la conductividad térmica del material completamente degradado, su valor es coherente con la bibliografía. Por otro lado, se ha comprobado que la sensibilidad del resultado final (gráfica de $\alpha_{sim.}$ frente a $T_{98\%}$) a las cuatro variables

del modelo es alta, por lo que aumenta la relevancia de su valor. Otros modelos con diferente grado de complejidad han sido probados en este análisis, y todos han presentado importantes diferencias en la correlación con los datos experimentales, especialmente en la comparación frente a la cara de la llama y el cambio de tendencia a $T_{98\%}^{c.llama} \approx 450^\circ C$. Por último, hay que destacar que en este enfoque la introducción de las condiciones de contorno experimentales en la simulación elimina las fuentes de incertidumbre respecto al complejo modelado de la llama como fuente térmica de la simulación.

Disponer de un modelo validado de la variación de las propiedades térmicas (α y κ) frente a la temperatura local del material permite obtener estimaciones del estado de degradación interno del material. En la Figura 8.9 se presenta el resultado de la conductividad térmica en las seis capas del mallado de la simulación. En color negro se pintan los puntos que han mantenido su valor en $\kappa = 0,7 W \cdot m^{-1} \cdot s^{-1}$, lo que significa que no han sufrido degradación. En blanco se pintan los puntos con valor $\kappa = 0,02 W \cdot m^{-1} \cdot s^{-1}$ y que por lo tanto han alcanzado la máxima degradación en carbonilla y fibra. El resto de puntos con valores $0,7 > \kappa > 0,02 W \cdot m^{-1} \cdot s^{-1}$ se corresponden con los puntos que han iniciado su degradación y que se encuentran en un estado de degradación intermedio.

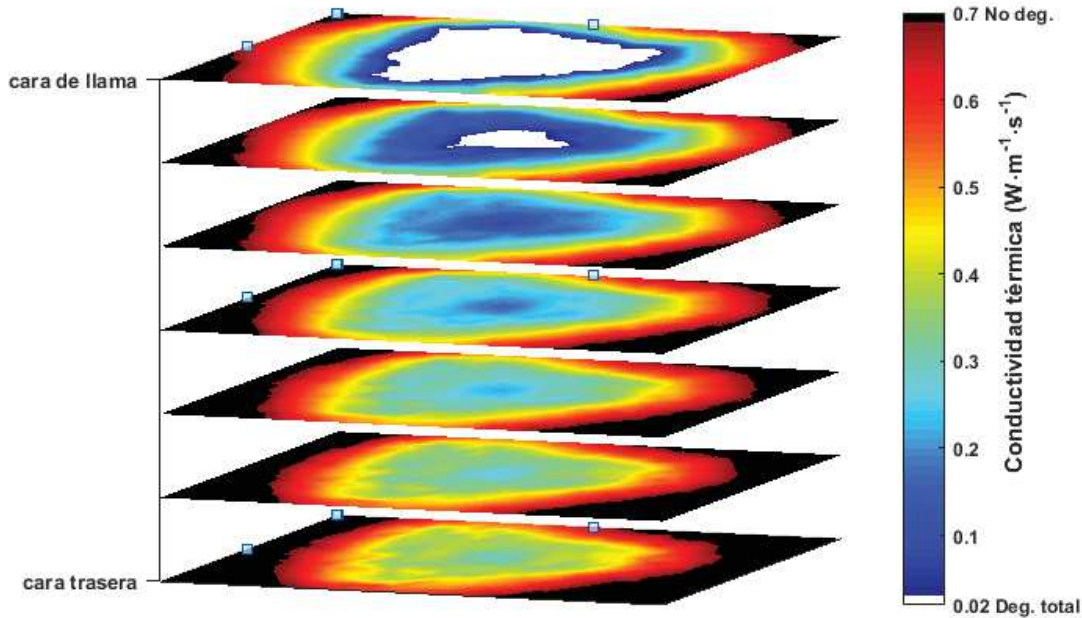


Figura 8.9: Resultado de la conductividad térmica en las seis capas del mallado de la simulación.

El resultado de la Figura 8.9 muestra que las dos capas más cercanas a la llama

han llegado a la máxima degradación en su zona central, donde el impacto de la llama es directo. Además, en las caras más cercanas a la llama prácticamente toda la superficie ha iniciado el proceso de degradación, quedando no degradadas únicamente las zonas más cercanas a las esquinas. Como es lógico, el nivel de degradación va disminuyendo hacia las capas más cercanas a la cara trasera, y como se avanzó anteriormente, en cada punto los perfiles a través del espesor tienen una variedad de tres diferentes estados de degradación. Este resultado es consecuente con los datos obtenidos experimentalmente y las interpretaciones realizadas (Tabla 8.1, Figuras 8.1 y 8.2).

8.3 Análisis estructural tras el ensayo a fuego

Utilizando el montaje representado en la Figura 7.1 se pueden analizar, mediante termografía activa pulsada, los defectos internos generados tras la quema en las muestras ensayadas. La técnica consiste en calentar una de las caras por medio de un pulso de calor de corta duración (con el flash) y tras ello analizar la evolución temporal de la temperatura en la misma cara que ha sido calentada. Por lo tanto, tras el calentamiento pulsado se analiza el enfriamiento de cada punto de la muestra. Este enfriamiento, muy rápido en la cara caliente, depende principalmente de la conducción hacia la cara trasera de la probeta y por lo tanto está muy relacionado con la estructura interna de la muestra. Esta relación se puede hacer más explícita con el estudio de las ondas térmicas, como veremos a continuación.

8.3.1 Fundamentos. Teoría de ondas térmicas

Para una muestra plana semi-infinita (espesor mucho mayor que las dimensiones superficiales) que es calentada uniforme y periódicamente por una de sus caras con una modulación de frecuencia angular ω , el estudio matemático puede reducirse a un problema unidimensional y la evolución de la temperatura T (vista como dispersión de una onda térmica) en función del espesor (z) y el tiempo (t) debido a esta excitación, es expresada por la ecuación siguiente [132]:

$$T(z, t) = T_0^{-z/\mu} \cos\left(\omega t - \frac{2\pi z}{\lambda}\right) \quad (8.2)$$

Esta ecuación es el resultado de resolver la ecuación del calor con una excitación (densidad de flujo) sinusoidal, donde μ es la distancia de difusividad térmica que tiene la expresión:

$$\mu = \sqrt{2\kappa/\omega\rho c_p} = \sqrt{2\alpha/\omega} \quad (8.3)$$

siendo κ la conductividad térmica, ρ la densidad y c_p el calor específico, α la difusividad térmica y λ la longitud de la onda térmica definida como $\lambda = 2\pi\mu$.

En la parte final de la ecuación 8.2 encontramos el desfase θ de la onda térmica, el cual está directamente relacionado con la profundidad:

$$\theta(z) = \frac{2\pi z}{\lambda} = \frac{z}{\mu} \quad (8.4)$$

Como se puede ver en la ecuación 8.3, μ es inversamente proporcional a $\sqrt{\omega}$. Esto indica que para frecuencias de calentamiento más altas el análisis será más superficial, y para frecuencias de calentamiento bajas el análisis será más profundo pero también más lento.

A la vista de las ecuaciones 8.2 y 8.3, es claro que un cambio local en α se traducirá en una variación diferente de la temperatura. Por otra parte, cuando la ondas térmicas que se propagan por el interior de la muestra tras un calentamiento periódico se encuentran un cambio brusco en las propiedades del medio, solo una parte de la onda se transmite, y el resto se refleja, alterando la evolución térmica. Muchos métodos de termografía activa se basan en que las inhomogeneidades o defectos suponen discontinuidades en las propiedades del medio, que modifican la evolución de la temperatura frente al tiempo. Aunque la excitación no sea sinusoidal, siempre puede descomponerse en sus frecuencias constituyentes (análisis de Fourier), que, como hemos visto, verán alterada su amplitud y su fase por la presencia de defectos.

8.3.2 Termografía pulsada de fase (PPT)

Matemáticamente, un pulso (flash) puede ser descompuesto en una multitud de componentes de frecuencia. A este respecto, cuando una muestra es calentada por un pulso, son lanzadas a la muestra ondas térmicas de varias amplitudes y frecuencias en un modo transitorio tal y como se ha discutido anteriormente. El estudio con una cámara IR de la evolución térmica en una superficie calentada por un flash, permite la extracción del espectro de las frecuencias de esa evolución térmica mediante la transformada discreta de Fourier en cada píxel (x,y) de la secuencia del termograma. Este procesado de un experimento de termografía pulsada acarrea importantes mejoras respecto a un análisis tradicional en términos de relación señal a ruido en la detección de los defectos, definición de los defectos en la imagen y límites de detección.

Uno de los aspectos más interesantes de la descomposición en frecuencias de la evolución térmica es la imagen de desfase θ , la cual es relativamente independiente de efectos ópticos locales (por ejemplo el calentamiento no uniforme) y las características infrarrojas de la superficie (por ejemplo emisividad variable en la superficie). Además, la detección de defectos en profundidad se mejora con la imagen de fase (un estudio

sobre especímenes de epoxy ha mostrado que la imagen de fase tiene de un 40 % a un 70 % más de resolución en profundidad que en la imagen de amplitud [133]).

La técnica de estudiar la imagen de fase en el espectro de las frecuencias en un experimento de flash se denomina *termografía pulsada de fase* (PPT de sus siglas en inglés).

8.3.3 Estudio de los defectos internos

La Figura 8.10 muestra el resultado de llevar a cabo tras la quema (ensayo a fuego de 600 s) el método PPT sobre la muestra de material compuesto CFRP, cuyo comportamiento térmico y propiedades térmicas han sido analizados en los capítulos 6 y 8. Ambas imágenes de la Figura 8.10 muestran la imagen de fase correspondiente a la primera frecuencia distinta de cero de la transformada de Fourier de 512 imágenes tras el pulso flash. A la izquierda se muestra el resultado de aplicar el calentamiento flash en la cara de la llama, y a la derecha en la cara trasera.

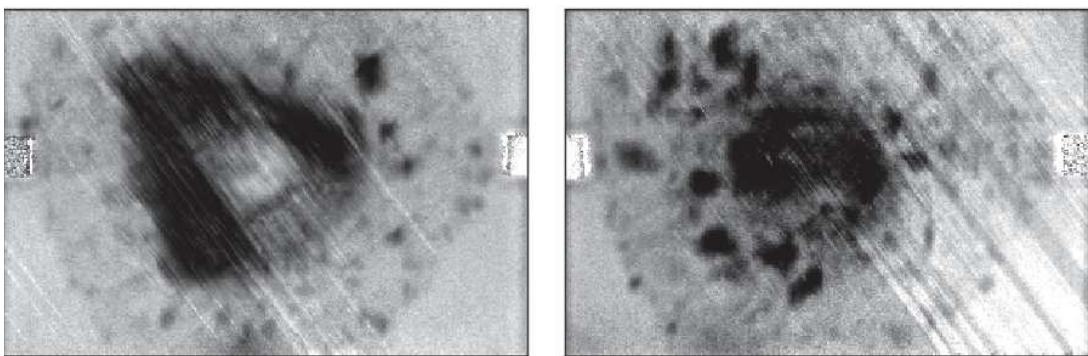


Figura 8.10: Resultado de PPT sobre una muestra de material compuesto CFRP tras un ensayo a fuego de 600 s. Presenta información de los defectos internos de la muestra. Izquierda: resultado de realizar el ensayo por la cara de la llama. Derecha: resultado de realizar el ensayo por la cara trasera.

En las imágenes de PPT los defectos aparecen como regiones con un cambio de contraste respecto a las circundantes. El método utilizado tiene una penetración (μ) máxima en la pieza $\approx 1,5\text{ mm}$, teniendo mayor repercusión en el resultado las capas más cercanas a la superficie por la que se aplicó el calentamiento flash. De este modo, visualizando las imágenes de defectos desde ambas caras, se obtiene de forma rápida e intuitiva información de las etapas de degradación del material y del daño producido por la llama a través del espesor.

En la imagen de PPT por la cara de la llama (izquierda de la Figura 8.10) de forma general se observan tres regiones: cerca de los bordes, la probeta es homogénea

indicando que no existen defectos; en regiones intermedias se observan una gran cantidad de regiones ennegrecidas que parecen corresponderse con delaminaciones y roturas internas; por último en la región central, donde la llama impactó de forma directa en el ensayo, se observan dos zonas: una más ennegrecida que se corresponde con la zona de carbonilla y de fibra, y otra zona más centrada que se corresponde con la región que presenta sólo fibra.

En la imagen de PPT de la cara trasera (derecha de la Figura 8.10) igualmente se aprecian tres regiones, aunque con interesantes diferencias. Igualmente, cerca del borde de la probeta se observa una región sin defectos apreciables, y hay una región intermedia que en las zonas más alejadas del centro presenta pequeñas burbujas y delaminaciones. Las diferencias más significativas con la cara de la llama se observan en las regiones centrales, donde aparecen burbujas más grandes y una pequeña zona en el centro que no presenta burbujas y que parece haber alcanzado una degradación más uniforme, similar a la obtenida en la zona central de la cara caliente.

Como es lógico, debido a la relación entre la respuesta al análisis PPT y las propiedades térmicas del material, estos resultados coinciden con las conclusiones obtenidas en el capítulo 8, y especialmente con los resultados correspondientes a las Figuras 8.2 y 8.9, donde se observa la relación entre las propiedades térmicas y su cambio respecto a la temperatura.

8.3.4 Análisis visual de la muestra tras el ensayo

Para contextualizar el resultado del análisis de defectos internos con PPT, en la Figura 8.11 se presentan la fotografías de las dos caras de la misma probeta tras el ensayo a fuego de 600 s.

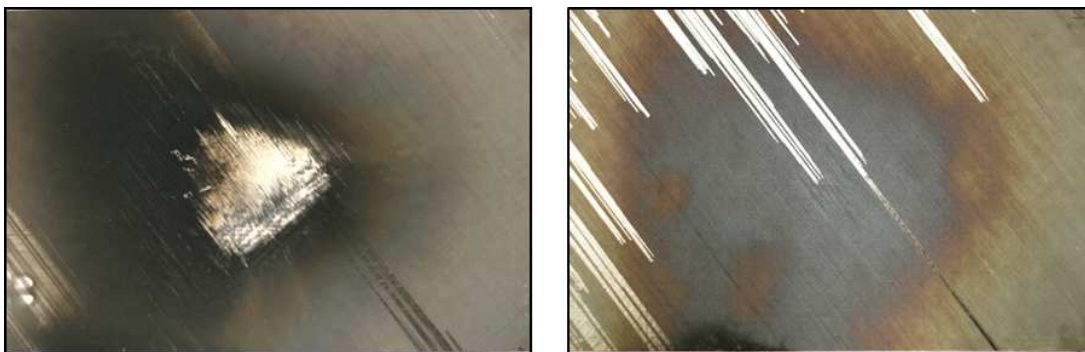


Figura 8.11: Fotografía de las dos caras de la misma probeta tras el ensayo a fuego de 600 s. Izquierda: cara de llama. Derecha: cara trasera. Se puede observar el daño superficial del muestra por efecto de la llama.

En la Figura 8.11 se observa que la coloración de la superficie completa de la cara expuesta a la llama ha cambiado respecto al color de la muestra previo a la quema,

adquiriendo tonos grisáceos en los bordes y negro hacia el centro. En la cara trasera, sí se observa que las regiones periféricas han mantenido la coloración que tenía la muestra antes del ensayo a fuego, mientras en el centro se tiende hacia el color grisáceo observado en la periferia de la cara caliente. La región en negro de la cara caliente, parece corresponderse con una mezcla de carbonilla y depósitos hollín procedentes de la llama. Esta región más ennegrecida está desplazada hacia la parte izquierda de la probeta debido a los movimientos de la llama hacia esas zonas durante el ensayo. En la cara de la llama se observa que la región central que estuvo más expuesta a la llama presenta sólo fibra y presenta una mayor reflectancia en visible (en la fotografía, esta zona se ve incluso brillante debido a un reflejo del flash de la cámara de fotos). En la Figura 8.12, donde se presenta un análisis en detalle de esta región, se puede ver que la zona central presenta delaminación de las capas más cercanas a la superficie. No se observan roturas de fibras, aunque sí se ven fracturas con forma de corte en la dirección de las fibras por toda la región carbonizada y central. Además, se observan algunas líneas en la que la primera capa de resina se ha perdido, este es un defecto de fábrica de la probeta.



Figura 8.12: Análisis en detalle de la región central de la cara de la llama que estuvo más expuesta al fuego.

PARTE IV

CARACTERIZACIÓN DURANTE ENSAYOS A FUEGO

El ensayo a fuego presentado como un ensayo de análisis no destructivo infrarrojo

En esta sección se presentará cómo a partir de los mapas de evolución de la temperatura en ambas caras, que proporciona el sistema desarrollado (capítulo 4), puede ser determinada la difusividad térmica y el número de Biot durante el ensayo a fuego, en cada punto de la muestra. Esto se realizará procesando la información térmica utilizando un simple modelo térmico, que parte del razonamiento de tratar el ensayo a fuego como un experimento con excitación escalón, como los que se realizan en el análisis no destructivo de materiales mediante termografía infrarroja.

9.1 Modelo teórico

En un ensayo a fuego típico, una placa del material ensayado es expuesta a fuego durante un tiempo prescrito. La intensidad del fuego incrementa bruscamente cuando la llama se enciende, y decrece de igual manera cuando se apaga (para el quemador utilizado en este trabajo la llama tarda $\sim 0,1$ s en estar completamente desarrollada o extinguida [77]). Ya que la potencia del quemador y la temperatura de la llama son aproximadamente constantes durante el ensayo, éste puede ser modelado, en una primera aproximación, como una excitación escalón donde cada área diferencial de la placa recibe un flujo de calor constante de la llama y transfiere calor a sus alrededores por conducción y convección.

Este problema tridimensional puede ser reducido a una dimensión si se considera despreciable la conducción en el plano. A pesar de la conocida inhomogeneidad de los materiales compuestos CFRP, esto debería ser una buena aproximación para ensayo realizado con nuestro quemador ya que el valor típico observado para el máximo gradiente de temperatura en el plano es 5.5 K/mm , mientras que para la misma localización y tiempo, se mide un gradiente de temperatura perpendicular de 140 K/mm (en la sección 6.1 se realizó un estudio exhaustivo de los gradientes de temperatura observados durante un ensayo a fuego). Además, en la Figura 9.1 se presentan las imágenes durante el estado estacionario de gradiente en las direcciones horizontal y vertical del plano de la cara caliente, comparadas con la imagen de gradiente a través del espesor. En la Figura 9.1 se observa que incluso en las regiones periféricas de la muestra, donde el gradiente a través del espesor es menor ($\sim 20 \text{ K}\cdot\text{m}^{-1}$), la diferencia con el gradiente en el plano es muy significativa, ya que éste se reduce prácticamente a cero. La hipótesis de una conducción en el plano despreciable se refuerza por el hecho de que no se aprecia retraso en el incremento de temperatura entre puntos centrales y periféricos de la placa, a pesar de la gran diferencia en la magnitud total del incremento de temperatura entre estas regiones.

Por lo tanto, un modelo simple de la evolución de la temperatura de una pequeña región de la placa durante el ensayo a fuego será formulado de la siguiente forma. Asumiremos un espesor uniforme L , fuentes de calor internas inexistentes, y un flujo de calor $\phi_0(t) [\text{W}\cdot\text{m}^{-2}]$ en la cara en $z = 0$, con un coeficiente de transferencia de calor h en las caras $z = 0$ y $z = L$, y con una difusividad térmica $\alpha = \kappa/\rho c_p$ (κ = conductividad térmica, ρ = densidad, c_p = calor específico). Despreciando la conducción en el plano, la evolución de la temperatura en un punto viene dada por la ecuación del calor unidimensional (sección 3.11),

$$\frac{\partial^2 T}{\partial z^2} - \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T}{\partial t} = 0 \quad (9.1)$$

con las condiciones de contorno para las caras delantera y trasera que ya se expusieron en la sección 7.4 (T significa el incremento de temperatura sobre el ambiente):

$$-\kappa \frac{\partial T}{\partial z} \Big|_{z=0} = \phi_{z=0} = Q_0 \bar{\varphi}_0 - hT(0, t) \quad (9.2)$$

$$-\kappa \frac{\partial T}{\partial z} \Big|_{z=L} = \phi_{z=L} = hT(L, t) \quad (9.3)$$

Donde Φ_0 se ha escrito como $Q_0 \varphi_0(t)$, siendo $Q_0 [\text{J}\cdot\text{m}^{-2}]$ la densidad de energía total entregada por el flujo y φ_0 una función de forma normalizada.

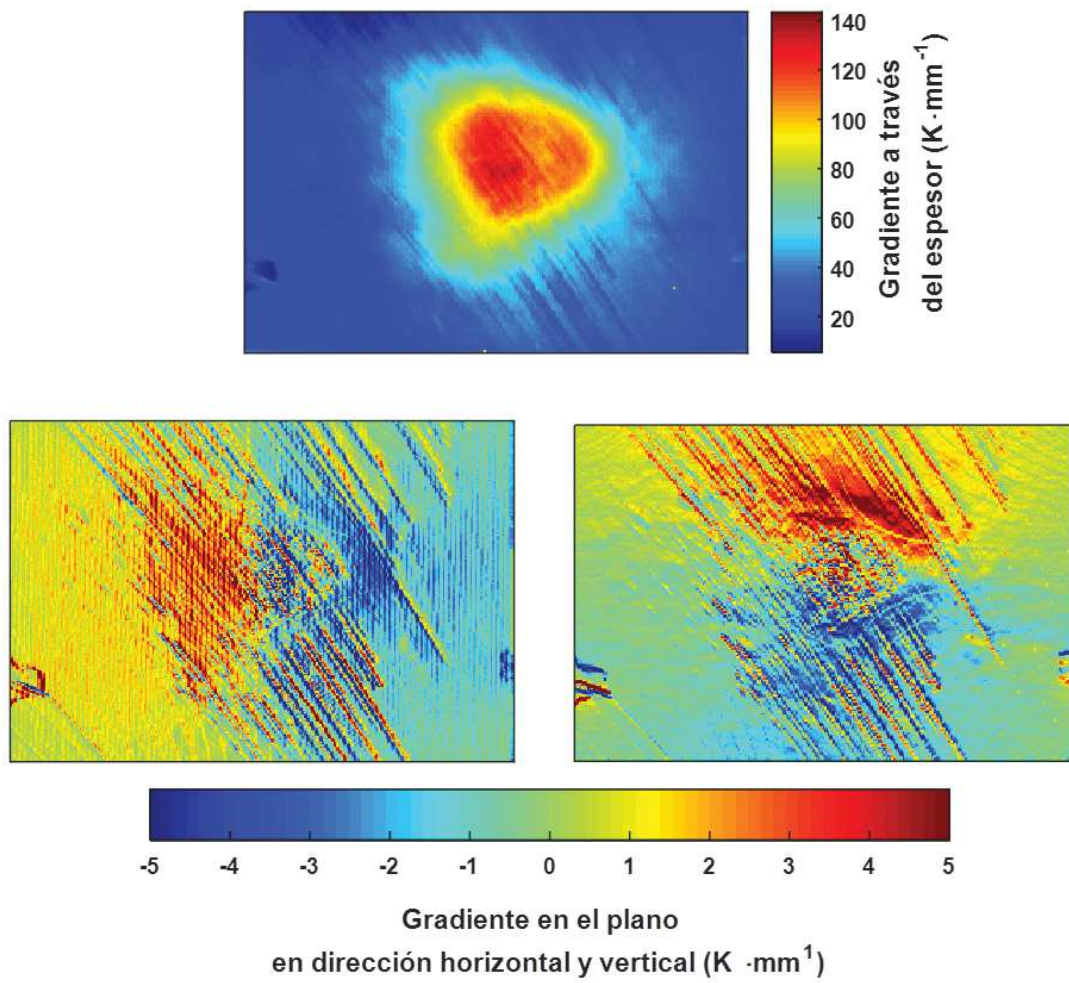


Figura 9.1: Arriba: imagen de gradiente a través del espesor [$K \cdot mm^{-1}$]. Abajo: Imágenes de gradiente [$K \cdot mm^{-1}$] en las direcciones horizontal (izquierda) y vertical (derecha) del plano de la cara caliente durante el estado estacionario.

9.2 Respuesta a excitación escalón

Tal y como se ha desarrollado en la sección 7.4 la mejor forma de solucionar matemáticamente la ecuación del calor para el caso planteado (ecuaciones 9.1, 9.2 y 9.3) es mediante la transformada de Laplace. De este procedimiento se obtiene $\bar{T}(z, s)$ en el espacio de Laplace cuya transformada inversa se corresponde con la evolución de la temperatura con el tiempo en un punto del interior de la placa $T(z, t)$.

Analizando la placa plana en cualquier punto z como un sistema lineal, $T(z, t)$ puede ser considerada como la salida de un sistema que se obtiene mediante la convolución de la entrada $\phi_0(t)$ con una respuesta a impulso $FRI_z(t)$ dada por la transformada inversa de Laplace de la función de transferencia $\bar{T}(z, s)$ (que expresaremos como FT_z).

$$T(z, t) = \mathcal{L}^{-1} \{Q_0 \bar{\varphi}_0 \cdot FT_z\} = \phi_0(t) * \mathcal{L}^{-1} \{FT_z\} \equiv \phi_0(t) * FRI_z(t) \quad (9.4)$$

Por lo tanto, mediante la convolución de la FRI adecuada con una función de excitación se obtiene, para esa excitación, la temperatura en cualquier punto de la placa y en cualquier instante. La temperatura de nuestro caso se puede obtener convolucionando la FRI con una función escalón. Podemos construir esa función a partir de la función de Heaviside, θ , haciendo

$$\varphi_{esc.}(t_{max}, t) \equiv \frac{1}{t_{max}} \theta(t) \cdot \theta(t_{max} - t) \quad (9.5)$$

de manera que $\varphi_{esc.}(t_{max}, t)$ es diferente de cero para $0 < t < t_{max}$, e igual a 0 para los demás valores. Además, $\varphi_{esc.}(t_{max}, t)$ está normalizado tal que la integral $\phi_0(t) \equiv Q_0 \varphi_{esc.}(t_{max}, t)$

La evolución de temperatura de una muestra sometida a la excitación $\varphi_{esc.}(t_{max}, t)$ se obtendría mediante:

$$T_{excit.esc.}(z, t) = \varphi_{esc.}(t_{max}, t) * \mathcal{L}^{-1} \{FT_z\} \equiv \varphi_{esc.}(t_{max}, t) \cdot FRI_z \quad (9.6)$$

Para obtener la respuesta en la cara trasera ($T_{exc.esc.}(L, t)$) o delantera ($T_{exc.esc.}(0, t)$) se utilizarían las como FT las ecuaciones 7.15 y 7.16 respectivamente (apartado 7.4.1). De igual forma, utilizando las ecuaciones 7.23 y 7.24 (apartado 7.4.2), se podrían obtener las repuestas adimensionales en función de Bi en la cara trasera y delantera respectivamente:

$$T_{exc.esc.}^*(z^* = 1, t^*) = \mathcal{L}^{-1} \{\bar{T}^*(1, s)\} = \varphi_0 * \mathcal{L}^{-1} \{FT_1\} \equiv \varphi_0 \cdot FRI_1 \quad (9.7)$$

$$T_{exc.esc.}^*(z^* = 0, t^*) = \mathcal{L}^{-1} \{ \overline{T^*}(0, s) \} = \varphi_0 * \mathcal{L}^{-1} \{ FT_0 \} \equiv \varphi_0 \cdot FRI_0 \quad (9.8)$$

Se debe tener en cuenta que este es un modelo que no considera algunos fenómenos importantes típicamente tenidos en cuenta [6]; en particular, la liberación y la absorción de calor por las reacciones químicas de descomposición, el flujo de calor por el movimiento de los gases de pirólisis, y la variación de las propiedades térmicas con la temperatura. Todos estos efectos, sin embargo, reducen su influencia cuando el ensayo a fuego se extiende por varios minutos y se alcanza el estado estacionario, y nuestra aplicación del modelo se restringirá a una vez alcanzado este régimen. Además, el material se trata como homogéneo en la dirección z , y por lo tanto todos los parámetros térmicos deben ser entendidos como efectivos a través del espesor.

En la Figura 9.2 se presenta el resultado del modelo de respuesta a escalón para la cara delantera y trasera frente a t^* para varios casos con distinto valor del número de Biot, en los que se diferencian diferentes regímenes en función de éste. Para $Bi = 0$ (caso sin pérdidas de calor) un incremento lineal se establece rápidamente, con un salto térmico entre caras constante. Cuando aumenta Bi la tendencia de los estados transitorios cambia: el incremento de temperatura es sublineal y tiende hacia un estado estacionario. El tiempo adimensional para alcanzar el estado estacionario es menor cuando aumenta Bi (como regla practica se observa que el estacionario en T^* se establece cuando $Bi \cdot t^* \approx 2,5$).

Las dos gráficas de abajo en la Figura 9.2, donde se alcanza de manera clara el estado estacionario, son las formas típicas de los perfiles medidos en las caras delantera y trasera durante la quema (esta relación con los resultados experimentales se mostrará en detalle en la sección 9.3). Además del efecto de alcanzar el estado estacionario, se observa que para Bi más altos la diferencia de temperaturas entre las caras también aumenta. Esta relación de Bi y la diferencia de temperatura entre caras se parametrizará a partir del estado estacionario en el apartado 9.2.1.

En función de los valores de α y L , cada perfil $T^*(t^*)$ proporciona un perfil de $T^*(t)$. En la Figura 9.3 se muestran algunos de estos perfiles para la cara trasera frente a t para el caso $Bi = 1$, $L = 2\text{ mm}$, donde α se varía para diferentes valores que son representativos de los encontrados en los materiales compuestos quemados y no quemados.

Se observa que la disminución de α cuando Bi no cambia produce una dilatación temporal de los perfiles, como era de esperar ya que $t = \frac{t^* L^2}{\alpha}$, haciendo más duraderos los transitorios (calentamiento y enfriamiento). Sin embargo la temperatura alcanzada en el estado estacionario no cambia, siendo sólo dependiente de Bi .

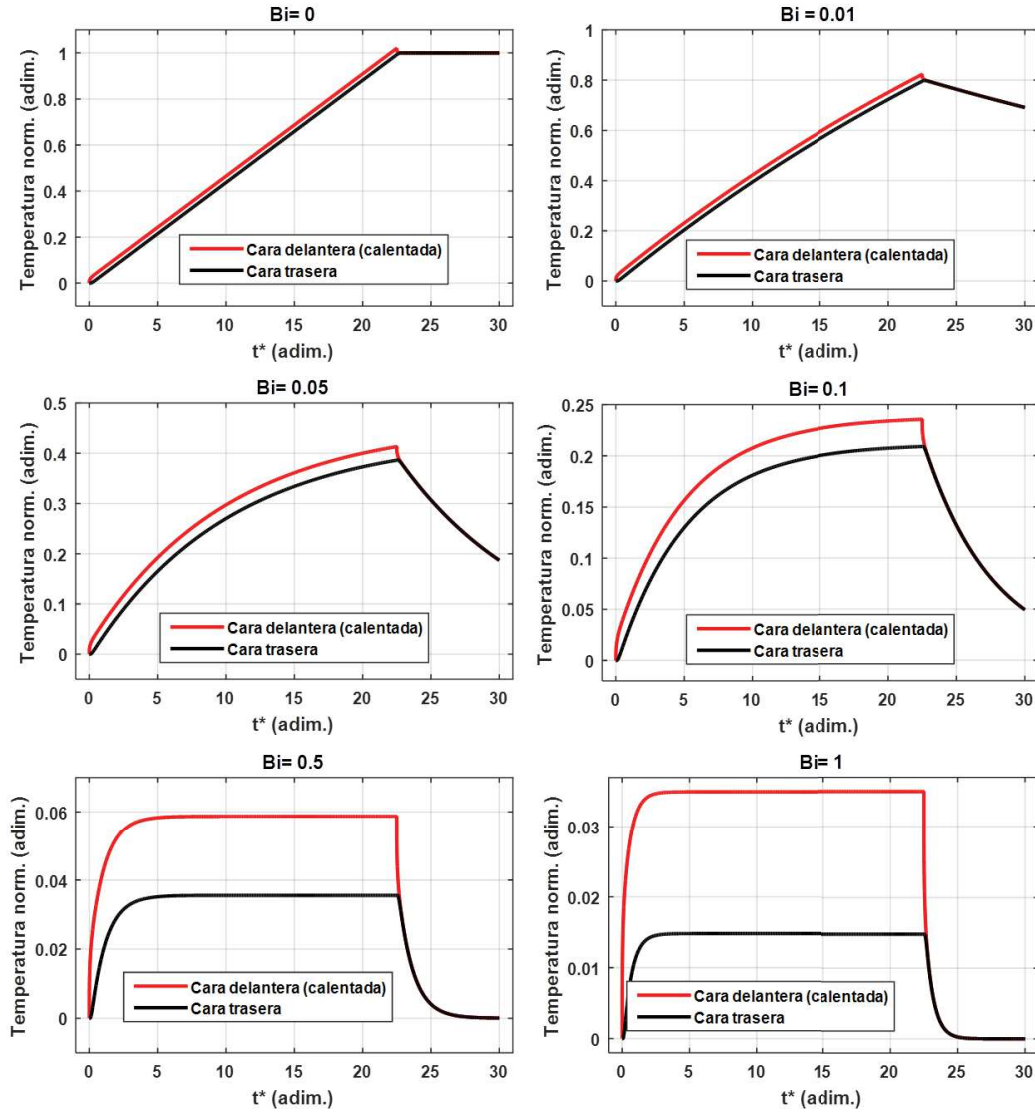


Figura 9.2: Resultado del modelo de respuesta a escalón para la cara delantera y trasera frente a t^* para varios casos en los que varía el valor del número de Biot mientras α permanece con valor fijo.

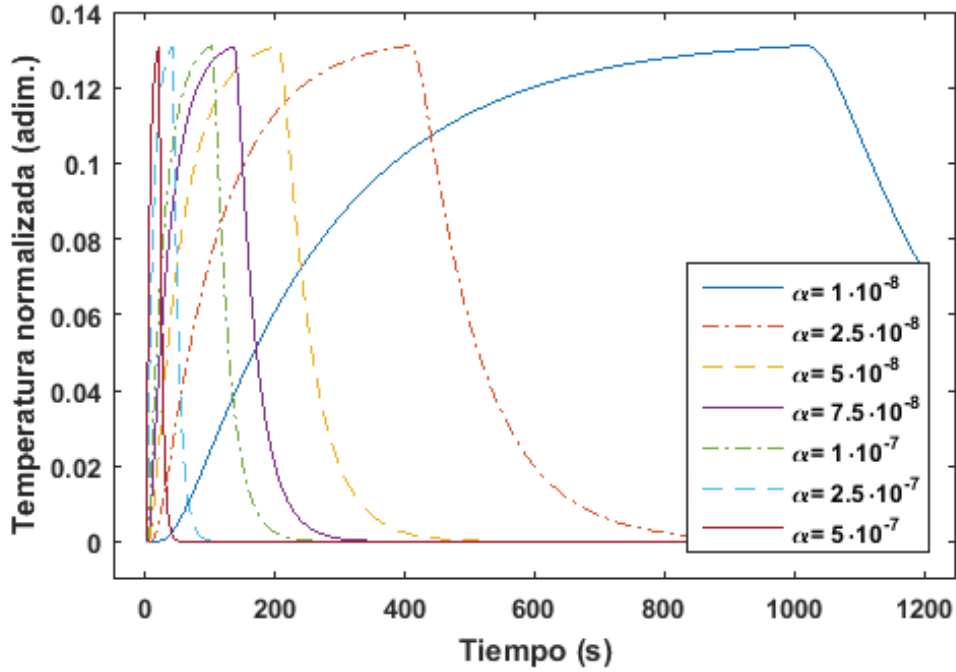


Figura 9.3: Resultado del modelo de respuesta a escalón para la cara trasera frente a t , Bi se mantiene fijo e igual a 1, y α se varía para varios valores que son representativos del rango de los materiales compuestos quemados y no quemados.

9.2.1 Física del estado estacionario. Obtención del número de Biot

El caso de estado estacionario es especialmente sencillo e importante, pues a largo plazo se alcanza siempre que hay convección y densidad de flujo constante. Además, acabamos de ver que no está afectado por α , y sí lo está fuertemente por Bi , lo que lo hace especialmente sencillo. Vamos ahora a estudiar sus propiedades cuantitativamente.

Por definición, en el caso estacionario $T(z, t) = cte \forall z$. Esto se traduce en la introducción de la condición $\frac{\partial T}{\partial t} = 0$ en la ecuación del calor 9.1, lo que implica que asumiendo la homogeneidad del material (medio efectivo), $\frac{\partial^2 T}{\partial z^2} = 0 \forall z$. Por lo tanto, T tiene una variación lineal en el interior de la placa:

$$T(z) = T(0) + Cz \Rightarrow \frac{\partial T}{\partial z} = \frac{dT}{dz} = C = \frac{T(L) - T(0)}{L} \quad (9.9)$$

Escribimos ahora las condiciones de contorno 7.8 y 7.9 para este caso, suponiendo además que la convección es igual en las dos caras y el flujo de calor es constante ($h_T = h_D = h, \varphi_0(t) = \varphi_0 = \frac{1}{t_{max}}$):

$$-\kappa C = \frac{Q_0}{t_{max}} - hT(0) \quad (9.10)$$

$$-\kappa C = hT(L) \quad (9.11)$$

Despejamos de la segunda ecuación:

$$\frac{T(L) - T(0)}{T(L)} = \frac{hL}{\kappa} \Rightarrow 1 - \frac{T(0)}{T(L)} = -Bi$$

y obtenemos el cociente de temperaturas:

$$\frac{T(0)}{T(L)} = 1 + Bi \text{ (estado estacionario)} \quad (9.12)$$

Por otra parte, igualando 9.10 y 9.11 ($\frac{Q_0}{t_{max}} - hT(0) = hT(L)$) se obtiene que la temperatura media de las dos caras es:

$$\frac{T(L) + T(0)}{2} = \frac{Q_0}{2t_{max}h} \text{ (estado estacionario)} \quad (9.13)$$

Resumiendo, en estado estacionario:

- El cociente entre las temperaturas de cara delantera $T(0)$ (caliente) y trasera $T(L)$ (fría) es determinado por el número de Biot: cuando éste es muy pequeño (convección despreciable, o equivalentemente muy buena conducción) son muy parecidas; por otro lado, altos valores de Bi producen una mayor diferencia térmica a través del espesor. La ecuación 9.12 proporciona una forma muy simple de estimar el número de Biot en cualquier situación de un flujo constante suficientemente largo para alcanzar el estado estacionario. Junto con la información de los mapas de temperaturas en las caras de llama y trasera durante la quema, permitirá calcular de manera sencilla Bi en el estado estacionario.
- La temperatura media es proporcional al flujo de calor (Q_0/t_{max}) e inversamente proporcional al coeficiente de convección (si no hubiera convección ($h = 0$) obtendríamos un valor infinito, pero entonces no habría estado estacionario). Es fácil ver que la temperatura media normalizada es:

$$T_m^* \equiv \frac{T_m}{T_\infty} = \frac{1}{2t_{max}^* Bi} \quad (9.14)$$

como se puede verificar en la Figura 9.2.

9.3 Quema como experimento con excitación escalón

Al comienzo de este capítulo se ha planteado que un ensayo de fuego se puede modelar, en primera aproximación, como un calentamiento escalón, en el cual cada

punto recibe un flujo constante diferente, y la evolución de la temperatura con el tiempo se corresponde con la solución de la ecuación del calor unidimensional. Esta idea se refuerza con la comparación entre estas soluciones, mostradas en la Figura 9.2, y las temperaturas experimentales medidas en ensayos a fuego reales sobre muestras de un material compuesto CFRP (Figura 9.4).

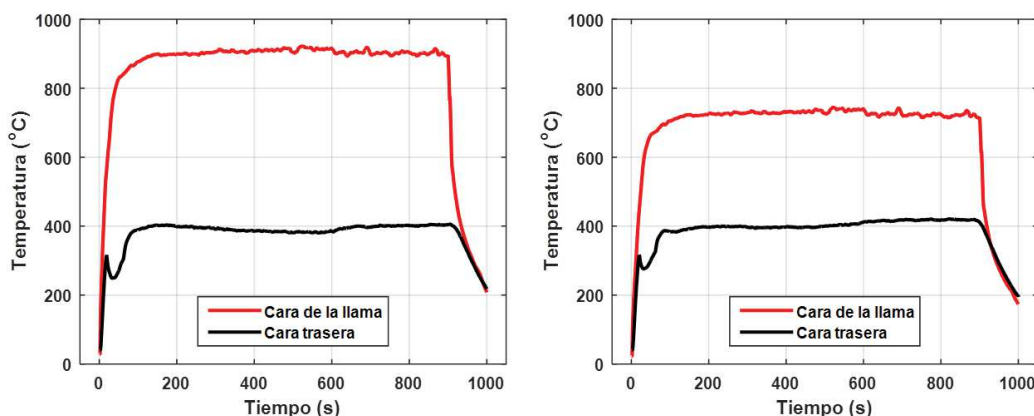


Figura 9.4: Evolución temporal de las temperaturas en un ensayo a fuego con una llama estable. La frecuencia de muestreo es de 10 Hz . Izquierda: en el centro de la llama. Derecha: en un punto con una menor intensidad de llama.

Como era de esperar, en cada punto se alcanza un estado estacionario, con una temperatura media relacionada con la intensidad del flujo calor de la llama. La relación entre las temperaturas de las caras de llama y trasera da, para los perfiles de la Figura 9.4, un valor de $Bi \approx 1,3$ (en el gráfico de la izquierda, correspondiente con el centro de la llama) y $Bi \approx 0,9$ (en el gráfico de la derecha, correspondiente con un punto de menor intensidad de llama). Los valores más altos de Bi en el centro eran esperables, ya que la convección forzada y las turbulencias son más intensas en las zonas de mayor impacto de llama, y también la mayor degradación disminuirá la conductividad térmica.

En los perfiles experimentales de cara fría se observa un máximo local durante el calentamiento inicial que, como ya se mostró durante el capítulo 6, es debido a la aparición de delaminaciones por efecto de la degradación del material durante la quema.

9.4 Temperatura en la cara trasera como función de la temperatura medida en la cara de la llama

La estrategia de utilizar la densidad de flujo de la llama ($\varphi_{llama}(t)$) como entrada del modelo elaborado no es viable en la práctica, ya que ésta no es conocida de

antemano y es muy complicado obtener medidas precisas que den cuenta de los complejos procesos de transferencia de calor entre la llama y la muestra.

Sin embargo, hay una salida a este problema. Como se ha explicado en el capítulo 5 el sistema desarrollado proporciona el mapa de temperaturas de las caras de llama (“caliente”) y trasera (“fría”), y su evolución durante un ensayo a fuego. El mapa de evolución de temperatura en la cara caliente suministra una información muy precisa del calentamiento debido a la llama, y además es una condición de contorno independiente de los complejos procesos de transferencia de calor entre la llama y la muestra.

Trabajando en el espacio de Laplace es posible obtener la temperatura de la cara fría de la placa en función de la temperatura de la cara delantera, sin necesidad de conocer el flujo; ya que, en base a la ecuación 7.24:

$$\overline{\varphi_0} = \frac{\overline{T^*}(0, s)}{TF_0} \quad (9.15)$$

de la ecuación 7.23 se obtiene que

$$T^*(1, s) = \frac{TF_1}{TF_0} \cdot \overline{T^*}(0, s) \quad (9.16)$$

y

$$T^*(z^* = 1, t^*) = T^*(z^* = 0, t^*) * \mathcal{L}^{-1} \left\{ \frac{FT_1}{FT_0} \right\} \equiv T^*(z^* = 0, t^*) * FRI_T \quad (9.17)$$

$T(L, t)$ en unidades no adimensionales se obtendría de igual manera, utilizando FRI_T como $\mathcal{L}^{-1} \left\{ \frac{FT_1}{FT_0} \right\}$ presentada en unidades no adimensionales.

Con este modelo tenemos como entrada la temperatura conocida de la cara “caliente”, como salida la temperatura de la cara “fría” también conocida, y ambas están relacionadas por una función de respuesta a impulso que depende de α y Bi , lo que nos va a permitir obtener estos parámetros como explicaremos en detalle en el siguiente capítulo.

CAPÍTULO 10

Medida de las propiedades térmicas durante la quema

A modo de recapitulación, en el capítulo anterior se han desarrollado los siguientes conceptos:

- Se ha presentado la idea de estudiar la quema como si fuera un ensayo con excitación escalón.
- La respuesta de una placa a una excitación escalón se puede obtener a partir de la convolución entre la función escalón (función de Heaviside) y la función de respuesta a impulso (irf), que da cuenta de la respuesta de la placa.
- La respuesta de la muestra puede modelarse por los parámetros α y Bi :
 - Bi está relacionado con el tiempo que se tarda en alcanzar el estado estacionario, la forma de los perfiles y el salto térmico entre las caras delantera y trasera (el cociente entre las temperaturas de cara caliente y fría en el estado estacionario viene determinado por el número de Biot).
 - α define la velocidad de cambio de los perfiles (transitorios de calentamiento y enfriamiento) hasta que se alcanza el equilibrio térmico (estado estacionario).

- Se ha propuesto un modelo de la respuesta en la cara fría de una muestra, en el que la entrada del modelo es la temperatura en la cara delantera en vez del flujo de calor.

A estos conceptos se debe añadir que se cuenta con los mapas de temperaturas de toda la quema en ambas caras, sincronizados y correlacionados espacialmente píxel a píxel. Por lo tanto, se puede obtener para cada píxel un modelo, función de α y Bi , de respuesta en cara fría cuando la entrada es el perfil de evolución térmica en la cara de llama.

En este capítulo se utiliza como hilo conductor el estudio de los datos obtenidos del mismo ensayo a fuego de los capítulos anteriores 8 y 6. Se utilizó una placa de 12 capas con matriz de epoxi reforzada con telas de fibra de carbono, todas orientadas en la misma dirección de 45° respecto a los bordes. Las dimensiones de la muestra son $300 \times 440 \times 2,4\text{mm}^3$ y la densidad del material es $1400 \pm 30\text{Kg}\cdot\text{m}^{-3}$. No obstante, de forma puntual, los resultados de otros ensayos a fuego serán utilizados para completar algunos análisis.

10.1 Procedimiento de ajuste

Al igual que se hizo en la sección 7.5, el mejor ajuste entre experimento y modelo de la respuesta en la cara fría durante la quema proporcionaría simultáneamente los valores de α y Bi . El modelo utilizado para el ajuste será el que utiliza la temperatura de cara caliente como entrada.

En la práctica las propiedades térmicas durante la quema cambian, principalmente debido a la degradación y también, en menor medida, a la temperatura a la que se encuentra el material (ver sección 2.1). Por ello, para asegurar que los parámetros medidos son constantes, no se debe realizar el ajuste hasta que se alcance el estado estacionario.

Esto plantea un problema, puesto que el estado estacionario es insensible al valor de α y sólo proporciona información sobre Bi . En ensayos bajo norma, la etapa del estado estacionario no presenta fluctuaciones de los perfiles de temperatura ya que la llama es estable y constante. No obstante, en un ensayo a fuego realizado en exteriores y con un quemador escalado de similares características que el de la norma *ISO – 2685* [10], se han encontrado fluctuaciones durante el estado estacionario debido a rachas de aire que movieron la llama durante la quema. Estas fluctuaciones del perfil de temperatura en la cara caliente producen fluctuaciones en la cara fría, atenuadas en amplitud y con retraso debido al efecto de la placa, ver Figura 10.1. El ajuste de estas fluctuaciones nos ha permitido obtener Bi y α en la zona de mayor

calentamiento de llama.

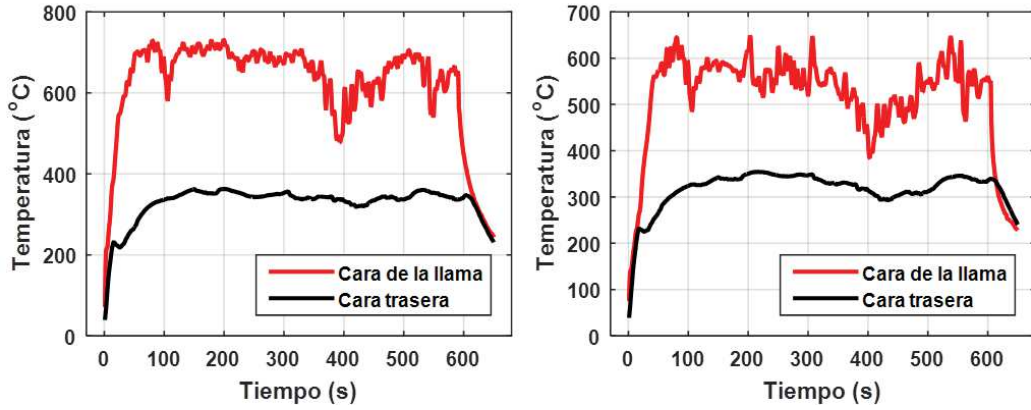


Figura 10.1: Perfiles de temperatura para cara de llama y cara trasera en la zona de mayor impacto de llama (izquierda) y en una zona intermedia (derecha) durante una quema realizada en exteriores y con un quemador escalado al de la norma *ISO – 2685*. Se observan fluctuaciones en la temperatura durante el estado estacionario debidas a rachas de viento durante la quema. Estas fluctuaciones se utilizarán para obtener Bi y α mediante el método de ajuste entre perfil experimental y modelo.

Utilizando los perfiles de la gráfica de la izquierda en la Figura 10.1 (perfil de cara caliente como entrada al modelo y perfil de cara fría como referencia para el ajuste), se ha realizando un barrido para 300 valores equidistantes de α en el rango entre $9 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ y $1 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, y para valores de Bi entre 0.01 y 0.09 (con un paso de 0.01) y entre 0.1 y 2 (con un paso de 0.05). Se ha registrado el valor del error cuadrático medio (RMSE) entre el perfil de temperatura experimental y el simulado en el intervalo de la quema entre 500 s y 600 s. El ajuste con mínimo error global se ha obtenido para el par de valores $\alpha = 6,5 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ y $Bi = 0,9$.

En la Figura 10.2 se representa el RMSE para cada una de las combinaciones de α y Bi . Como una muestra de la robustez del método, se observa que el error no presenta mínimos locales y tiende hacia un mínimo global unívoco. También se observa que el resultado presenta mayor sensibilidad al cambio de Bi que al de α .

Otra comprobación de la validez del método se presenta en la Figura 10.3, donde se muestra el ajuste entre el perfil experimental completo en el intervalo de ajuste (500 s y 600 s), frente al perfil simulado para el par α y Bi que proporcionó el mínimo error.

10.1.1 Adaptaciones para aplicación a imagen completa

El método de ajuste para obtener α y Bi se puede aplicar para cada píxel por separado y así obtener el valor de estos parámetros en cualquier punto de la muestra en el momento del ajuste (durante la quema). Un aspecto importante a tener en cuenta

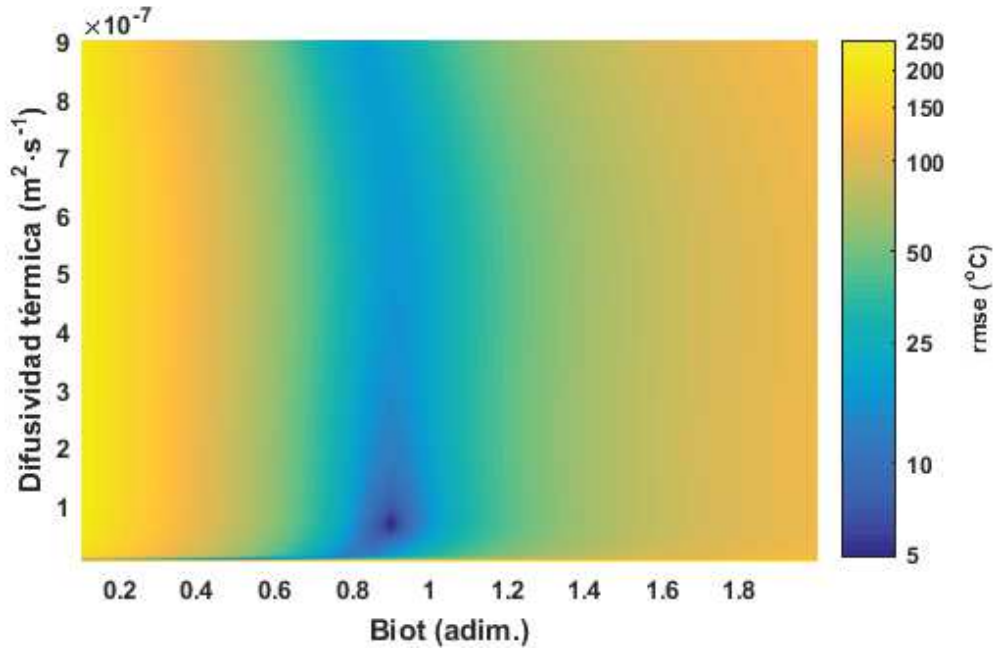


Figura 10.2: Error cuadrático medio entre el perfil de temperatura experimental y el simulado en el intervalo de la quema entre 500 s y 600 s; para 300 valores equidistantes de α en el rango entre $9 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ y $1 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, y para valores de Bi entre 0.01 y 0.09 (con un paso de 0.01) y entre 0.1 y 2 (con un paso de 0.05). Visualización en 2 dimensiones del plano de α y Bi ; el código de colores, en escala logarítmica para una mejor visualización, representa el valor del RMSE.

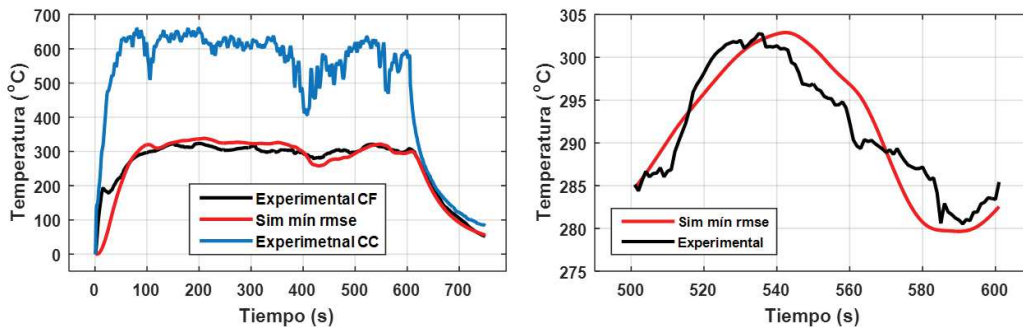


Figura 10.3: Derecha: Perfiles experimentales de cara caliente y fría frente al perfil simulado para el par α y Bi que proporcionó el mínimo error ($\alpha = 6,58 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ y $Bi = 0,9$). Derecha: Perfiles experimental y simulado de cara fría en el intervalo de ajuste (500 s y 600 s).

es relativo al tiempo de obtención de los resultados. El barrido de α y Bi para un sólo par de perfiles correspondientes a un píxel en cara caliente y fría significa realizar el procedimiento cientos de veces, lo que aumenta mucho el tiempo de procesado cuanto más valores de cada parámetro se quieran incluir. Además, si se quiere obtener un ajuste para cada píxel de la imagen de la probeta se debe realizar el ajuste decenas de miles de veces; por lo tanto, para realizar el ajuste de una imagen hay que optimizar al máximo el procedimiento. Para ello, inicialmente se planteó el mismo enfoque que en el método flash adaptado (sección 7.5), es decir, utilizar un algoritmo de búsqueda del mayor gradiente hacia la mínima diferencia entre las respuestas modelada y experimental. No obstante, a pesar de que el error tiende a un mínimo global unívoco, como se observó en la Figura 10.2, este método proporcionó resultados ilógicos como la aparición de saltos bruscos del valor de α entre píxeles correspondientes a regiones de la muestra adyacentes. La causa de estos resultados ilógicos se expone a lo largo de esta sección.

Como alternativa para optimizar el procedimiento, el ajuste se ha restringido al valor de α , mientras que Bi se obtiene de forma directa y con un gasto computacional muy bajo a partir del cociente de las temperaturas de estacionario en cara de llama y trasera (ecuación 9.12). Por lo tanto, previamente al inicio del ajuste, se dispone de la imagen de Bi para cada píxel de la imagen y se introduce como parámetro en el modelo, sólo siendo necesario variar α en busca del mejor ajuste.

Para reducir aún más el tiempo de cómputo, se ha implementado una solución basada en el procesado en paralelo. Con este método los cálculos para cada píxel son realizados de forma simultánea en los diferentes núcleos de procesado de la CPU.

Para comprobar la fiabilidad de este método, se ha comparado con el resultado obtenido en el ajuste simultáneo de α y Bi . Se utilizan los perfiles de la gráfica izquierda en la Figura 10.1 (perfil de cara caliente como entrada al modelo y perfil de cara fría como referencia para el ajuste), realizando el barrido de 300 valores equidistantes de α en el intervalo entre $9 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ y $1 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, con el valor de Bi fijo en 0.9, que fue el que proporcionó el menor error cuadrático medio en el ajuste conjunto de α y Bi . En la Figura 10.4 se presenta el valor de error cuadrático medio entre el perfil de temperatura experimental y el simulado en el intervalo de la quema entre 500 s y 600 s. El resultado del ajuste con mínimo error global lo ha proporcionado el valor $\alpha = 6,58 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, que como era de esperar es el mismo valor de α que el obtenido durante el ajuste conjunto de α y Bi .

En el caso anterior se ha elegido el valor exacto de Bi que proporcionó el ajuste doble entre α y Bi . Pero el valor que se usaría en la metodología propuesta sería el que proporciona el cociente entre las temperaturas de cara caliente y fría (ecuación 9.12), que es $Bi = 0,88$, 2 % menor que $Bi = 0,9$. El valor de α que se obtiene manteniendo

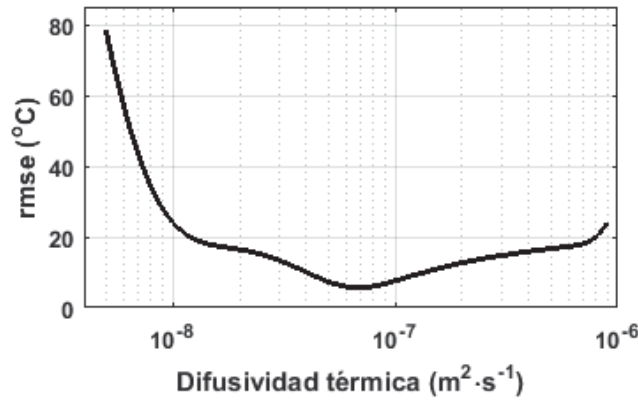


Figura 10.4: Error cuadrático medio entre el perfil de temperatura experimental y el simulado en el intervalo de la quema entre 500 s y 600 s; para 300 valores equidistantes de α en el rango entre $9 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ y $1 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, y para el valor de Bi fijo de 0.9, que fue el que proporcionó el menor RMSE en el ajuste conjunto de α y Bi .

$Bi = 0,88$ es $6,04 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, un 8 % menor que $\alpha = 6,58 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ obtenido en el ajuste doble. Este resultado sugiere que el valor de α obtenido por ajuste es significativamente sensible a las variaciones en Bi .

Para comprobar este extremo, se ha realizando el mismo barrido de 300 valores equidistantes de α en el intervalo de la quema entre 500 s y 600 s, y se ha utilizado $Bi = 0,8$, que supone una variación de $\approx 10 \%$ respecto a $Bi = 0,9$ que proporcionó el mínimo RMSE en el ajuste conjunto de α y Bi . El resultado del ajuste con mínimo error global ha sido para el valor de $\alpha = 1,19 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ (ver Figura 10.5), un valor que varía más del 80 % respecto a $\alpha = 6,58 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ obtenido durante el ajuste conjunto de α y Bi . Este resultado evidencia que con el método propuesto la variación de Bi tiene un gran impacto en el valor de α obtenido del ajuste. Este resultado es coherente con el presentado en la Figura 10.2, donde se observó una mayor sensibilidad del RMSE a variaciones en Bi , y fue la causa de los resultados ilógicos recuperados por el algoritmo de búsqueda del mayor gradiente hacia la mínima diferencia entre las respuestas modelada y experimental utilizado como primera opción. A continuación se expone la causa de esta dependencia, y la solución propuesta.

En la izquierda de la Figura 10.6 se muestra el ajuste entre los perfiles experimentales completos y el perfil simulado que se obtiene con el valor de $\alpha = 1,19 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ que proporcionó el mínimo error cuando $Bi = 0,8$ (en rojo). En la derecha de la Figura 10.6 se presenta el zoom sobre el intervalo que se utilizó para el ajuste (entre 500 s y 600 s). También, en la gráfica a la derecha, se presenta el resultado de una simulación con el valor de $\alpha = 6,58 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, que debería ser el valor obtenido del ajuste, manteniendo $Bi = 0,8$ (línea de trazos). La figura demuestra que el perfil simulado que proporcionó el mejor ajuste cuando $Bi = 0,8$ se corresponde con un

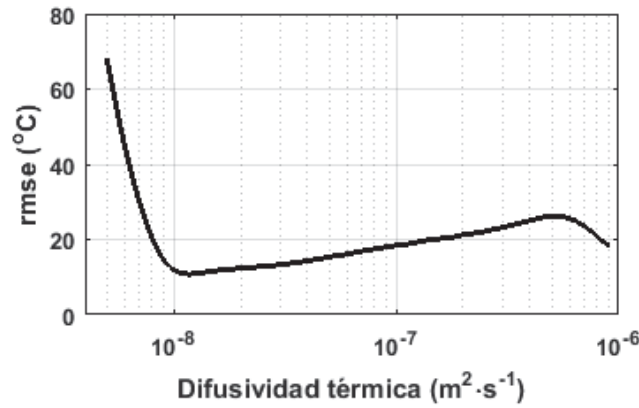


Figura 10.5: Error cuadrático medio entre el perfil de temperatura experimental y el simulado en el intervalo de la quema entre 500 s y 600 s; para 300 valores equidistantes de α en el rango entre $9 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ y $1 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, y $Bi = 0,8$. De este modo se estudia el efecto en el ajuste de la pequeña variación respecto a $Bi = 0,9$ que proporcionó el mínimo RMSE en el ajuste conjunto de α , y Bi .

valor de difusividad muy baja, ya que la atenuación de las fluctuaciones y el retraso de los perfiles experimental y simulado no coinciden en absoluto, siendo mucho más pronunciados estos dos efectos en la simulación. En la gráfica de la derecha se observa que un valor de Bi incorrecto genera que el perfil de la simulación, aún teniendo una forma correcta, se desplace en su valor medio. Por eso un valor de α muy bajo, que consigue atravesar algunos valores del perfil experimental, genera un RMSE menor, pese a tener una forma claramente errónea.

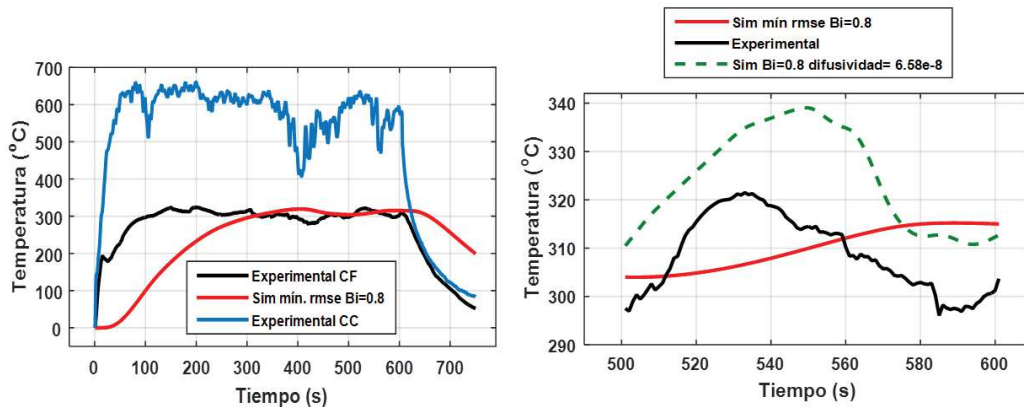


Figura 10.6: Izquierda: ajuste entre los perfiles experimentales completos y el perfil simulado que se obtiene con el valor de $\alpha = 1,19 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ que proporcionó el mínimo error cuando $Bi = 0,8$. Derecha: zoom sobre el intervalo que se utilizó para el ajuste (entre 500 s y 600 s), junto al resultado de una simulación con el valor de α que debería haberse obtenido del ajuste y $Bi = 0,8$. Esta Figura pretende explicar el motivo que del errores en el ajuste de α cuando Bi no es exacto.

Podemos concluir que si se corrige la influencia de Bi sobre el valor medio del

perfil simulado, se obtendrán valores de α más precisos. Por eso, se ha optado por realizar una normalización a la media de los perfiles experimental y simulado en el intervalo utilizado para el ajuste. El resultado de este ajuste con perfiles normalizados proporciona los siguientes valores de α :

- Para $Bi = 0,8$, $\alpha = 6,5 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
- Para $Bi = 0,9$, $\alpha = 6,4 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
- Para $Bi = 1$, $\alpha = 6,2 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$

Estas variaciones en el valor obtenido de α debidas a variaciones de Bi son $\sim 3\%$, frente a $> 80\%$ cuando se utilizaron perfiles sin normalizar. En la Figura 10.7 se muestra que el error $\sim 3\%$ es aceptable desde el punto de vista del análisis de la muestra y la precisión de los modelos.

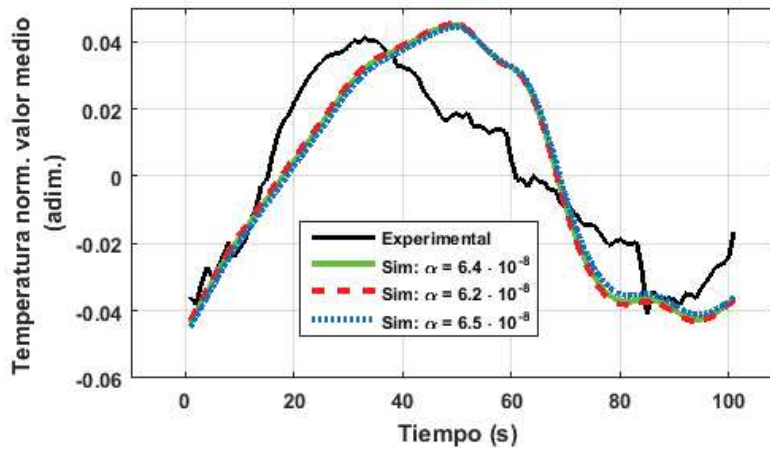


Figura 10.7: Perfil experimental en el intervalo entre 500 s y 600 s frente a tres simulaciones con las diferentes α que se obtuvieron con el ajuste con perfiles normalizados a la media. Se observa que la dispersión en α obtenida no es relevante desde el punto de vista del análisis de la muestra y de la precisión del modelo.

10.1.2 Procedimiento definitivo para generalización a cualquier ensayo a fuego (ajuste del enfriamiento)

Como ya se ha comentado previamente, la fluctuación en cara fría debe ser suficientemente intensa para realizar un ajuste unívoco entre modelo y experimental. Al extender el ajuste a toda la placa, se han encontrado regiones con fluctuaciones insuficientes durante el estacionario, que han proporcionado ajustes erróneos resultando en valores de α ilógicos para la región analizada. Estos valores ilógicos se han podido

identificar con facilidad gracias a la potencia que proporciona el análisis de imagen, ya que se presentan como regiones que se salen de forma brusca (antinatural) de la tendencia de su regiones circundantes.

Un inconveniente adicional es que el desarrollo presentado sobre un ensayo con fluctuaciones durante el estado estacionario no es viable en general en los ensayos bajo norma, que están diseñados para mantener la llama lo más estable posible. Sin embargo, el método descrito puede generalizarse para su aplicación en cualquier ensayo utilizando los primeros instantes de la etapa de enfriamiento tras el apagado de llama para realizar el ajuste. A partir de este momento la degradación es máxima y no cambiará por efecto de la llama (ya apagada), la temperatura del material sigue siendo alta para mantener los efectos de variación del parámetro por la temperatura, y existe una gran fluctuación en la evolución del perfil térmico que facilitará un ajuste unívoco entre modelo y experimento.

Para validar el método, en la Figura 10.8 se compara el valor obtenido realizando, para un perfil horizontal desde el borde izquierdo de la muestra y el centro, las metodologías de ajuste durante el estado estacionario (con fluctuaciones, Figura 10.1) y durante el enfriamiento. Cada punto de los perfiles horizontales es un valor medio de una región vertical de ± 15 píxeles ($\approx 40mm$), y las barras representan la desviación estándar de α en esa región. Se observa una buena correlación entre los resultados. También se puede apreciar que los valores obtenidos del ajuste en el estacionario tienen mayor dispersión (representada por las barras de error) cerca del borde. Se debe a que lejos del centro de la llama las fluctuaciones son menores.

Un análisis complementario al anterior se muestra en la Figura 10.9 con el diagrama de dispersión entre las dos imágenes de α del estacionario y del enfriamiento, junto con una recta de pendiente igual a uno que representaría el ajuste perfecto entre ambas imágenes. Se observa que en todo momento la recta de pendiente igual a uno se encuentra dentro de las barras que representan la desviación estándar de los datos de la imagen de α en el estacionario.

El buen ajuste mostrado entre las imágenes α del estacionario y del enfriamiento supone una validación de la metodología basada en el enfriamiento. Además, se demuestra que realizar el método en el enfriamiento reduce la dispersión de los valores resultantes, y permite generalizar la metodología para cualquier ensayo, no sólo cuando se producen fluctuaciones en el estacionario.

En resumen, con este método se obtiene, a temperaturas reales de ensayo a fuego, el mapa de valores de α y Bi a lo largo de toda la superficie de la muestra ensayada, sin más información que la proporcionada por el sistema de dos cámaras desarrollado.

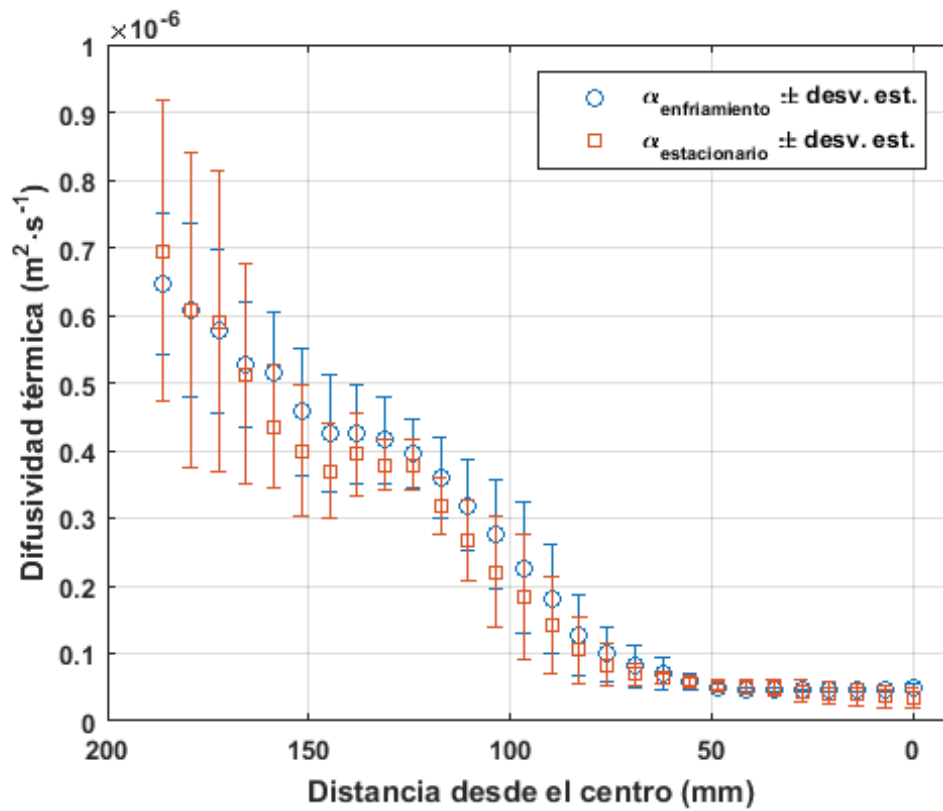


Figura 10.8: Valores de alfa obtenidos en el enfriamiento y en el estado estacionario para diferentes puntos a lo largo del eje horizontal desde el borde hasta el centro de la probeta. En cada uno de los puntos del eje horizontal se representa la media (circulo) y la desviación estándar (barras) de una región vertical de 100 píxeles

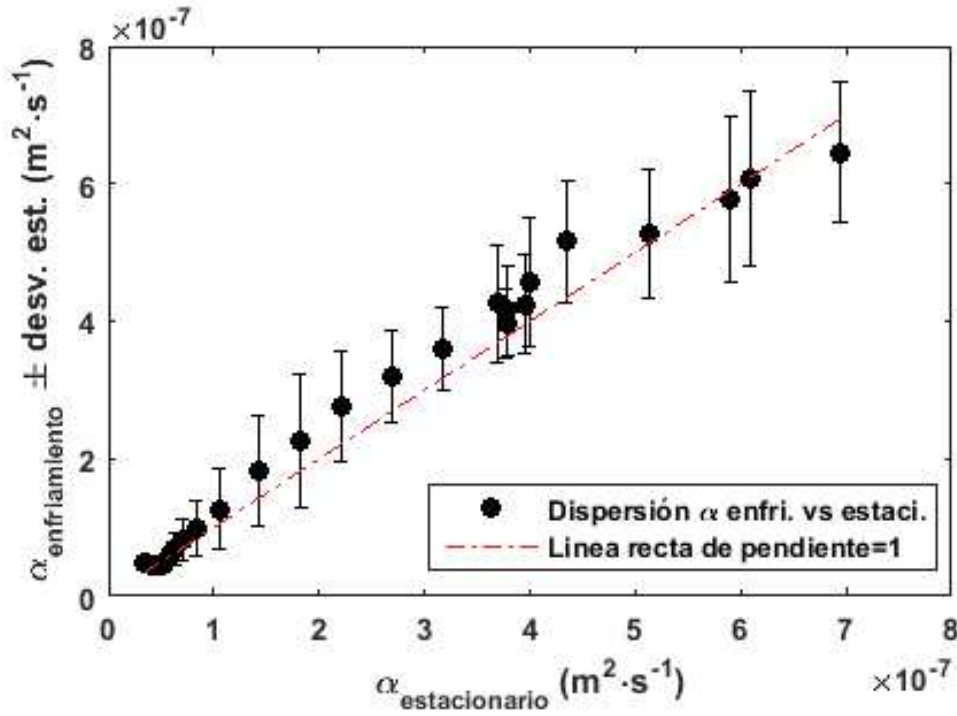


Figura 10.9: Diagrama de dispersión entre las dos imágenes de α del estacionario y del enfriamiento, junto con una recta de pendiente igual a uno que representaría un ajuste perfecto entre ambas imágenes.

10.2 Imagen de número de Biot

En la Figura 10.10 se muestra la imagen de número de Biot obtenida con la metodología expuesta, es decir, la resultante de relacionar las imágenes de temperatura media de las caras de caliente y fría según la ecuación 9.12. Las imágenes de temperatura media se han obtenido en el rango entre 300 y 600 segundos, etapa de la quema donde el estado estacionario se encontraba establecido en toda la muestra (ver Figura 6.8).

La imagen de Bi que se calcula es un valor eficaz que en cierto modo promedia el efecto de la convección en ambas caras de la muestra. De ahí el patrón de la imagen de Bi en la Figura 10.10, donde los valores más altos de Bi se dan en el centro de la muestra, que es donde impacta la llama, y se van reduciendo hacia los bordes.

En el capítulo 5.8 (tabla 5.1) se estimó la desviación en la medida de temperatura en la cara impactada por la llama como $\pm 5^\circ\text{C}$ sobre 400°C (NETD tras todo el proceso de eliminación llama) y el de la medida de la cara trasera $\pm 40 \cdot 10^{-3} \text{ K}$ sobre 400. Únicamente teniendo en cuenta este ruido asociado a las cámaras la incertidumbre en la medida de Bi es $< 1\%$. No obstante, esta incertidumbre está asociada a un blanco de temperatura estable, mientras que en un ensayo a fuego las variaciones en



Figura 10.10: Imagen de número de Biot para el estado estacionario (entre 300 y 600 segundos).

la temperatura de la muestra ensayada serán mayores debido a las fluctuaciones de la llama. Se ha obtenido la imagen de Bi para otros rangos del estado estacionario y los valores obtenidos varían aproximadamente en un 5 % sobre el valor obtenido en el rango 300 a 600 segundos.

La Figura 10.11 presenta el resultado de Bi en la región más afectada por la llama en función del número de capas. Los resultados se presentan para tres placas diferentes de material compuesto CFRP, diferenciados por el polímero aglutinante y el apilamiento del laminado. Como era de esperar en base a la definición de Bi , cuanto mayor es el número de capas mayor es el valor de Bi . Sin embargo el incremento no es lineal, lo que es achacable a que al incrementar el número de capas (y por lo tanto el espesor) la degradación efectiva a través del espesor es menor y por lo tanto el valor de conductividad térmica es mayor.

10.3 Imagen de difusividad térmica

En la Figura 10.12 se muestra la imagen de difusividad térmica obtenida a partir de los primeros 50 s de enfriamiento tras el apagado de llama, tal y como se ha descrito a lo largo del capítulo. El código de color de la imagen está en escala logarítmica para mejorar la visualización de las regiones más degradadas.

La variación espacial en la imagen de difusividad de la Figura 10.12 es muy significativa: se miden valores muy bajos de difusividad ($< 1 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) en el centro de la muestra, región más fuertemente impactada por la llama. Alejándose del centro,

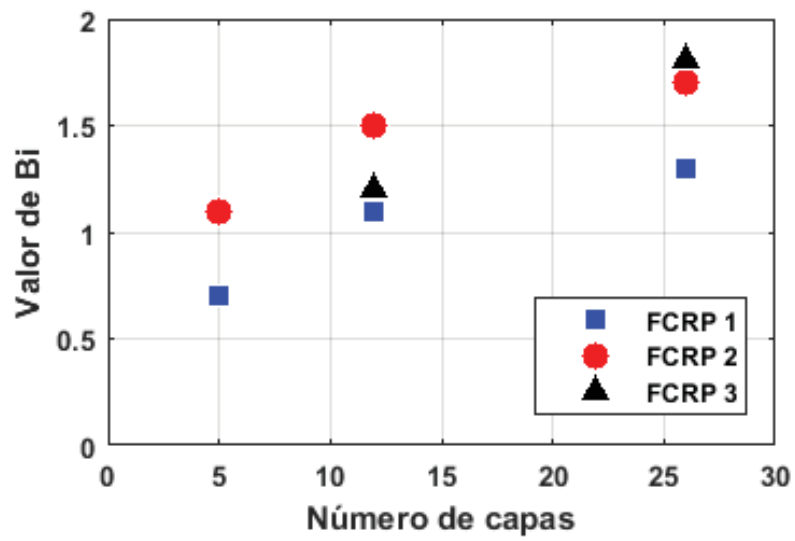


Figura 10.11: Bi en función del número de capas en la región más afectada por la llama. Los resultados se presentan para tres placas diferenciadas por el polímero aglutinante y el apilamiento del laminado.

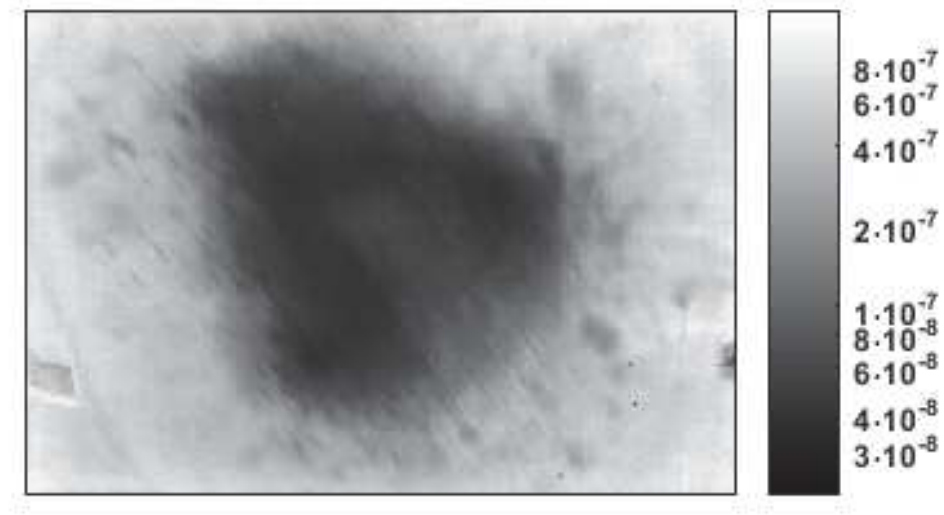


Figura 10.12: Imagen de difusividad térmica [$m^2 \cdot s^{-1}$] a partir de los primeros 50 s de enfriamiento tras el apagado de llama. El código de color de la imagen está en escala logarítmica para mejorar la visualización de las regiones más degradadas.

α tiende hacia valores más altos, aproximadamente un orden de magnitud en zonas de la periferia. Esta variación está altamente correlacionada con la temperatura máxima obtenida en cada punto durante el ensayo a fuego. La degradación de la matriz polimérica y la fibra por efecto de la llama produce delaminaciones y carbonización de la estructura de la muestra, y ambos procesos incrementan el aislamiento térmico a través del espesor de la muestra. Esto explica la reducción de α en las regiones más quemadas, y como ya se estableció en el capítulo 8, es un buen indicador de la degradación por fuego. En algunas zonas aisladas muy pegadas al borde, el valor de α es anómalamente más alto que el valor de prequema. Esto parece ser debido a efectos térmicos de borde que el modelo propuesto no contempla, por lo que no es representativo en estas regiones, generando fallos en el procedimiento de ajuste.

En la Figura 10.13 se muestran, en tres puntos característicos, los resultados de la evaluación del procedimiento de ajuste realizado para obtener la imagen de α de la Figura 10.12. En la línea de gráficas superior, se estudia el error entre la respuesta experimental y la modelada para diferentes valores de α en el intervalo de estudio. Estas gráficas muestran que el error tiene una tendencia hacia un mínimo global claramente marcado, indicando que no existen mínimos locales o mínimos globales poco claros que podrían inducir a un error en la estimación del mejor ajuste entre modelo y experimental. En la línea de gráficas inferior se presenta la respuesta experimental y la modelada obtenida para el valor de difusividad que proporciona el mínimo valor de error. Se observa que el ajuste que proporciona el valor de α con mínimo error se corresponde bien con la tendencia del perfil experimental.

10.4 Comparación entre difusividad durante quema y posquema

Con lo expuesto en este capítulo ha quedado explicado un método para determinar durante la propia quema los valores de α y Bi . Es interesante ahora comparar estos valores con los obtenidos tras el enfriamiento de la muestra, con el método flash modificado expuesto en el capítulo 7.

En la Figura 10.14 se muestran comparadas las imágenes de difusividad térmica obtenidas durante la quema (en el enfriamiento) y en posquema. El código de color de la imagen está en escala logarítmica para mejorar la visualización de la región más degradadas.

Para facilitar la comparación, en la Figura 10.15 se muestran tres perfiles horizontales a lo largo de las imágenes de α en posquema (Figura 10.14, derecha) y en el enfriamiento (Figura 10.14, izquierda). Las dos gráficas a la izquierda y a la

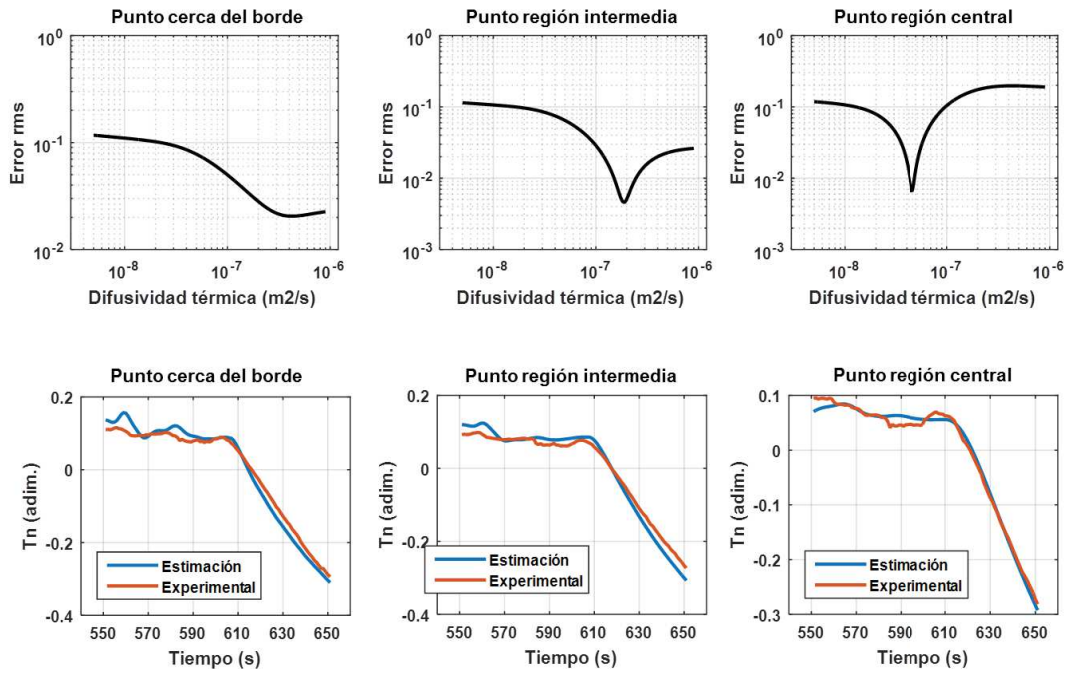


Figura 10.13: Arriba: Estudio en tres puntos del error entre la respuesta experimental y la modelada para diferentes valores de α en el intervalo de los primeros 50 s de enfriamiento tras el apagado de llama. Abajo: Representación para tres puntos de la respuesta experimental y la modelada para el valor difusividad que proporciona el mínimo valor de error.

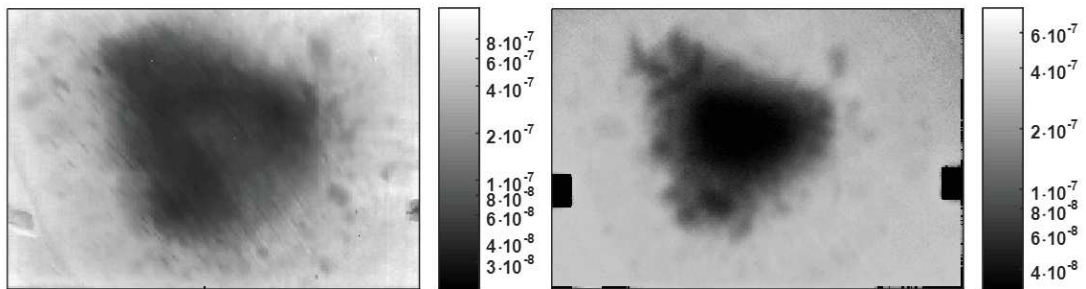


Figura 10.14: Imágenes de difusividad térmica obtenidas durante la quema (izquierda) y en posquema (derecha). El código de color de la imagen está en escala logarítmica para mejorar la visualización de las regiones más degradadas.

derecha representan los perfiles horizontales a una distancia equidistante de 75 mm del borde superior y del centro de la muestra. La gráfica del centro representa los perfiles horizontales que pasan a lo largo del centro de la probeta, la zona más afectada por la llama.

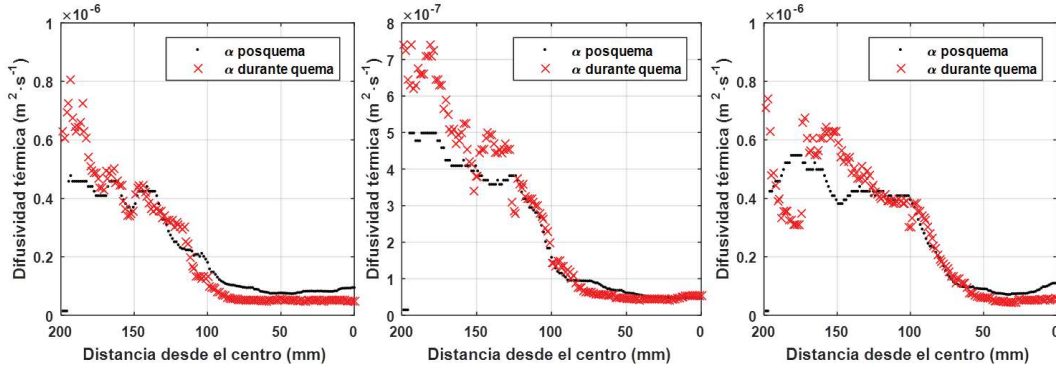


Figura 10.15: Perfiles horizontales a lo largo de las imágenes de α en posquema (Figura 8.2) y en el enfriamiento (Figura 10.12). Izquierda: perfiles a 75 mm equidistante del borde superior y del centro de la muestra. Centro: perfiles a lo largo del centro de la probeta. Derecha: perfiles a 75 mm equidistante del borde inferior y del centro de la muestra.

Ambos resultados son muy similares, y tanto las imágenes como los perfiles presentan una buena correlación de forma general. Esto es lógico debido a que se trata de la misma muestra y en ambos casos ya se había alcanzado la máxima degradación por acción del fuego. No obstante, el resultado en posquema fue medido por el método flash tras el enfriamiento, a temperatura ambiente, y el resultado durante el enfriamiento, a la temperatura del ensayo inmediatamente tras el apagado de llama. Por lo tanto, es muy interesante comparar la relación entre estos dos resultados para explorar el efecto de la temperatura en el parámetro.

En la Figura 10.16 se muestra la diferencia entre los valores de α medidos por ambos métodos, presentados frente a $T_{98\%}$ en la cara de la llama. $\Delta\alpha$ se define como $\alpha_{caliente} - \alpha_{fria}$, siendo $\alpha_{caliente}$ el valor de la difusividad térmica medido durante la quema, y α_{fria} el valor obtenido por el método flash a temperatura ambiente, tras el ensayo a fuego. La resta se ha realizado para cada píxel, tras la co-registración de ambas imágenes; por lo que los efectos de la degradación en α que son iguales para ambos resultados, resultarían en $\Delta\alpha \approx 0$, de modo que el valor de $\Delta\alpha$ puede ser atribuido esencialmente al efecto de la temperatura a la que fue medido $\alpha_{caliente}$.

En el diagrama de dispersión de la Figura 10.16 se pueden observar dos regiones con tendencias claramente diferenciadas. Para temperaturas superiores a $\approx 450^\circ\text{C}$, $\Delta\alpha$ tiene valores cercanos a cero, indicando que los valores de difusividad medidos con ambos métodos son muy similares. Por otro lado, la región de temperaturas donde las

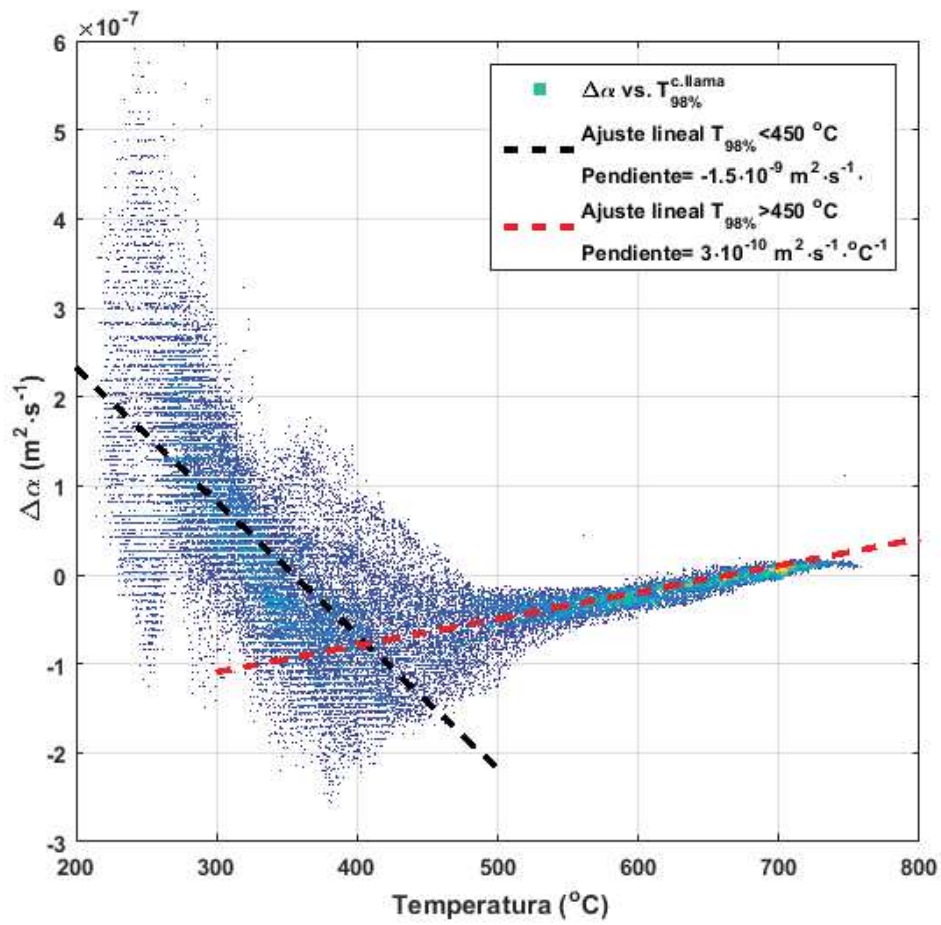


Figura 10.16: Diagrama de dispersión de $\Delta\alpha$, resultado de la resta de las imágenes de α corregistradas durante y después del ensayo a fuego, frente a $T_{98\%}$ en la cara de la llama de cada píxel.

temperaturas en la cara de la llama permanecieron por debajo de $\approx 450^\circ\text{C}$, $\Delta\alpha$ es generalmente positivo.

A pesar de los irregulares daños de la superficie, se puede diferenciar un patrón, como se describe por los ajustes lineales mediante mínimos cuadrados de los datos representados en el diagrama de dispersión, con pendientes $-1,5 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ para el rango de $T < 450^\circ\text{C}$, y $0,3 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ para el rango de $T > 450^\circ\text{C}$. Estas pendientes representan una estimación del cambio de α con la temperatura, y apuntan a un comportamiento diferente dependiendo de el grado de degradación del material. El resultado puede ser comparado con otros estudios [134, 135], los cuales determinaron las propiedades térmicas en la dirección a través del espesor de dos materiales compuestos CFRP diferentes con matriz epoxi, y obtuvieron un descenso de α cuando aumentaba la temperatura. Los estudios se realizaron para el material no degradado hasta temperatura $\sim 200^\circ\text{C}$ y resultaron en pendientes de $-0,3 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ [134] y $-0,5 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ [135].

Las dos tendencias claramente diferenciadas encima y debajo de 450°C sugiere que observamos que está teniendo lugar algún cambio en el material debido a la acción de su temperatura. Este resultado es coherente con el análisis de la degradación del material realizado mediante la comparación de los resultados experimentales posquema y los de la simulación de las capas internas del material en el capítulo 8, donde se definía 450°C como la temperatura en torno a la cual la degradación de la matriz polimérica por pirólisis culminaba en carbonilla.

Por encima de 450°C es inusual encontrar medidas de las propiedades térmicas de los materiales compuestos y su variación frente a la temperatura, esto dificulta la comparación del resultado de $\Delta\alpha$ obtenido en ese intervalo de temperaturas, y pone de manifiesto la novedad del método desarrollado y de los resultados obtenidos. No obstante, resultados de otros estudios realizados sobre materiales compuestos con matriz de viniléster, poliéster o madera de balsa [2, 65, 66, 136] han mostrado, al igual que lo obtenido en nuestro estudio del epoxi con fibra de carbono, tendencias de aumento en la difusividad térmica en función de la temperatura para el material degradado hasta 800°C .

PARTE V

CONCLUSIONES

Resumen y análisis crítico de los resultados

En este capítulo se recopilarán los resultados obtenidos en el desarrollo de esta tesis, sintetizando los logros alcanzados y contextualizando cómo éstos contribuyen al estado del conocimiento científico y el desarrollo tecnológico actuales. Del mismo modo, se evaluará el cumplimiento de los objetivos marcados al comienzo (capítulo 1). Siguiendo la misma estructura empleada a lo largo del documento, el análisis estará subdividido en cada una de las tres partes que constituyen este trabajo.

Parte I. Sistema desarrollado para la medida de temperatura durante ensayos a fuego

Se ha propuesto y desarrollado un nuevo sistema de medida diseñado específicamente para el estudio de materiales compuestos durante ensayos a fuego. El diseño consta de dos cámaras infrarrojas que proporcionan durante el ensayo a fuego los mapas de temperatura, en función del tiempo, simultáneos y geoméricamente referenciados para las dos caras de muestras planas (capítulo 4). Los efectos del fuego en la medida de la temperatura han sido minimizados utilizando una selección espectral apropiada de la banda IR y un pos-procesado software específicamente diseñado (capítulo 5). Éste consiste en un filtrado paso bajo en frecuencias de la señal térmica y en la sustracción, para cada píxel, de una estimación experimental de la contribución de la llama. Un experimento *ad hoc* ha mostrado que este procedimiento experimental recupera la temperatura superficial con una incertidumbre de $\pm 5\text{ K}$, comparado con un error sistemático mayor de 60 K de la medida de termografía clásica (sección 5.8).

Para obtener una calibración precisa de la temperatura, se ha establecido un procedimiento para la medida de la emisividad superficial de los materiales quemados y no quemados (sección 5.10). En los materiales quemados, la inhomogeneidad debida a la degradación resulta en un aumento de la dispersión del valor del parámetro ($0,95 < \varepsilon < 1$), y se ha elegido un valor de emisividad de 0.99. En la medida de la emisividad se han considerado factores de influencia como la degradación del material, las condiciones de la medida o el ángulo de visión; sin embargo, un estudio sistemático y en profundidad sobre las fuentes de incertidumbre en la medida de la emisividad de los materiales compuestos CFRP quemados sería de gran interés, para evaluar con mayor evidencia la dependencia con la temperatura, la degradación, las condiciones superficiales, etc.

Las capacidades del sistema propuesto han sido puestas a prueba mediante varios ensayos a fuego (once ensayos en base a la norma *ISO* – 2685 : 1998, y una quincena de ensayos con un quemador escalado al de la norma), realizados en muestras representativas de materiales compuestos CFRP. Los resultados han demostrado que el sistema constituye una valiosa herramienta para mejorar el conocimiento del comportamiento de las muestras de composite en un fuego, eliminando los inconvenientes de las técnicas clásicas intrusivas (capítulo 6). El sistema proporciona una exhaustiva información espacial de la evolución térmica de las muestras que puede ayudar a entender los complejos procesos de degradación de los materiales compuestos por acción del fuego.

El análisis de un ensayo a fuego concreto ha servido de hilo conductor para la intercomparación entre las diferentes investigaciones realizadas. Este ensayo a fuego de 10 minutos de duración se realizó con un quemador de llama de gasoil escalado al de la norma y a una distancia entre quemador y muestra de 200 mm. La placa ensayada es de 12 capas con matriz de epoxi reforzada con telas de fibra de carbono, todas orientadas en la misma dirección de 45° respecto a los ejes, y tiene unas dimensiones de $300 \times 440 \times 2,4 \text{ mm}^3$. La medida de la temperatura en este ensayo a fuego ha mostrado que el estado estacionario se alcanza tras $\approx 100 \text{ s}$. Durante este estado, el salto térmico entre ambas caras es cercano a 400°C para los 2.4 mm de espesor de la muestra (sección 6.1).

El análisis de la información espacial sobre la temperatura, junto con un estudio de los perfiles de temperatura frente al tiempo, ha mostrado que en ciertas zonas aparece un cambio particular durante el calentamiento en las primeras etapas del ensayo a fuego, donde la pendiente se reduce en la cara fría (apareciendo a menudo un máximo local) y aumenta ligeramente en la cara caliente (sección 6.2). Analizando las imágenes térmicas, este cambio ha sido relacionado con la aparición de delaminaciones o vacíos por efecto de la degradación. El cambio de pendiente ocurre en diferentes instantes y en diferentes regiones de la muestra, pero aproximadamente ocurre a la misma

temperatura: en la cara trasera a $241 \pm 6^{\circ}\text{C}$, y en la cara de la llama $350 \pm 50^{\circ}\text{C}$. Este resultado es consistente con que para un composite de matriz de epoxi, como la muestra ensayada, las delaminaciones y vacíos internos se generarán a temperaturas $> 250^{\circ}\text{C}$ en las capas más cercanas a la cara de la llama por causa del aumento de la presión de los gases producto de la pirólisis.

Por lo tanto se puede concluir que el diseño y el montaje experimental propuestos, y el sistema y los procesados desarrollados en esta tesis suponen una herramienta útil y fiable para la medida *in situ* de la temperatura de los materiales compuestos FRP durante ensayos de fuego reales. La posibilidad de la medida mediante termografía infrarroja de los mapas térmicos de la cara impactada por la llama, supone un desarrollo clave que abre una nueva vía en el análisis de los ensayos a fuego de materiales compuestos.

Parte II. Caracterización antes y después de ensayos a fuego

Se ha puesto a punto un método de medida que adapta el método flash clásico de Parker para placas altamente aislantes (capítulo 7). De este modo, añadiendo en el lugar de la llama una lámpara flash que actúa como fuente térmica de corta duración y de potencia controlada, el sistema puede utilizarse para realizar análisis NDT de los materiales antes y después del ensayo a fuego (sección 7.2). Se obtienen así los parámetros térmicos del material (difusividad térmica, conductividad térmica, calor específico volumétrico y el número de Biot) en un punto de los materiales quemados y no quemados.

La modificación del método flash clásico proporciona, en las regiones más quemadas (que son las más aislantes también), una corrección del valor de los parámetros obtenidos de hasta un 20 % para la difusividad térmica, 60 % para el calor específico volumétrico y 90 % para la conductividad térmica.

La obtención de la difusividad térmica y del número de Biot no requiere del conocimiento de la potencia absorbida por la muestra, y sólo es necesario asegurar la homogeneidad del calentamiento para minimizar la incertidumbre por transmisión de calor en el plano (aunque se ha demostrado que este efecto es pequeño). Se han utilizado lámparas de flash con una distribución de energía capaz de calentar grandes áreas homogéneamente comparado con la excitación cuasipuntual mediante láser, típica de los sistemas comerciales que implementan el método flash. El uso de estas lámparas de flash ha sido un elemento clave para la aplicación del método simultáneamente a lo largo de la superficie completa de la muestra, que se describe más adelante. Para la obtención del calor específico volumétrico y la conductividad térmica ha sido necesario desarrollar un procedimiento para la calibración de la potencia óptica de

las lámparas flash que es absorbida por el material tras la descarga del flash (sección 7.6). El procedimiento ha proporcionado un valor de potencia $Q = 6000 \pm 500 \text{ J}\cdot\text{m}^{-2}$ a una distancia de 200 mm entre probeta y lámpara.

Se ha llevado a cabo una análisis de las fuentes de incertidumbre del método de caracterización (sección 7.7) y ha resultado en una incertidumbre del 2,1 % en la medida de la difusividad térmica, un 12 % en la del calor específico volumétrico y del 15 % en la de la conductividad térmica. Además, tras realizar varios experimentos de caracterización por ambas caras de tres muestras diferentes, antes y después de someterlas a ensayos a fuego de 15 minutos, se ha observado una dispersión en los resultados del método $< 2 \%$ para todas las medidas de muestras no quemadas. Para las muestras quemadas la dispersión ha sido $\sim 3 \%$ para la difusividad térmica, $\sim 6 \%$ para el calor específico volumétrico y $\sim 7 \%$ para la conductividad térmica. La dispersión del método para los diferentes parámetros es consecuente con las estimaciones de incertidumbre, siendo incluso más baja.

El método flash modificado ha sido aplicado antes y después de la misma quema de 10 minutos en la muestra de epoxi y 12 capas analizada en la Parte II. La comparación de los resultados antes y después del ensayo muestra que en la región más degradada por el fuego, la difusividad térmica efectiva se reduce aproximadamente un orden de magnitud comparada con el valor previo al ensayo (desde $5,8\cdot 10^{-7} \text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ a $0,5\cdot 10^{-7} \text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1}$), presentándose como un parámetro adecuado para estimar la degradación del material y su relación con la temperatura alcanzada durante el ensayo a fuego (sección 8.1).

Para evaluar con mayor evidencia la tendencia en la variación de la difusividad térmica frente a la temperatura se ha implementado el método flash adaptado sobre la superficie completa de la muestra después de la quema (sección 8.2). Toda la información se ha obtenido en un único experimento de flash, que ha sido monitorizado con la cámara enfocando la cara opuesta a la excitada. Analizando la respuesta de cada píxel en la cara trasera a la excitación flash se obtiene una imagen de la difusividad térmica de cada región de la muestra. Debido a que el procedimiento desarrollado para la obtención de la difusividad térmica no requiere el conocimiento de la potencia absorbida por la muestra, sólo es necesario asegurar el calentamiento de toda la superficie, manteniendo una cierta homogeneidad para minimizar la incertidumbre por transmisión de calor en el plano; para conseguirlo con un amplio margen, se han utilizado dos lámparas de flash situadas en paralelo.

El resultado de la difusividad térmica en cada punto de la superficie ha proporcionado una valiosa información cualitativa que ha permitido intuir la extensión de la degradación en la muestra tras el ensayo. Además, la co-registración de las imágenes, ha permitido comparar píxel a píxel el valor de la difusividad térmica frente a la

temperatura máxima alcanzada en ambas caras durante el ensayo. Esta comparación ha evidenciado las tendencias en la variación de α con la temperatura, y ha permitido la definición de las temperaturas $\sim 250^\circ\text{C}$ y $\sim 450^\circ\text{C}$ como claves en el proceso de degradación del material por pirólisis. Asimismo, la relación cuantitativa entre las imágenes de la difusividad térmica y la temperatura ha propiciado la localización de regiones con defectos por la degradación de la muestra durante el ensayo a fuego, a partir de los valores fuera de la tendencia general; de este modo se ha realizado una clasificación de las regiones que han sufrido daños por delaminaciones, vacíos o roturas.

Los parámetros térmicos obtenidos son efectivos para el espesor del material. Por ello, para un análisis más objetivo de los resultados experimentales, y con el fin de estudiar las propiedades y la degradación local de las capas internas del material, se ha realizado una simulación por elementos finitos *ad hoc* utilizando el software *Comsol Multiphysics* (sección 8.2.2). En la simulación se han introducido como condiciones de contorno los mapas de temperatura máxima medida experimentalmente en las cara delantera y trasera; de este modo se eliminan las fuentes de incertidumbre respecto al complejo modelado de la llama como fuente térmica de la simulación. Se ha propuesto un sencillo modelo de la evolución de la conductividad térmica (y por tanto de la difusividad térmica) basado en datos experimentales y en la bibliografía, que ha mostrado una excelente correlación con los datos experimentales. El modelo cuenta únicamente con cuatro parámetros:

- dos temperaturas observadas experimentalmente ($\sim 250^\circ\text{C}$ para inicio de la degradación, y $\sim 450^\circ\text{C}$ para la culminación de la degradación en carbonilla),
- dos valores de conductividad térmica ($\kappa = 0,7\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ para las zonas no degradadas, obtenido experimentalmente, $\kappa = 0,02\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ para la máxima degradación, obtenido de bibliografía; en la región intermedia se interpola entre ambos valores).

Las tres variables obtenidas experimentalmente estarán expuestas a mayor variación en función del material (ya que cada material presentará unas propiedades prequema y unas temperaturas de degradación diferentes) o de las condiciones del ensayo a fuego (ya que éstas pueden afectar a las temperaturas de inicio y fin de los procesos de degradación). El estado final de carbonilla tendrá características muy parecidas para cualquier material compuesto fibra-polímero y cualquier ensayo a fuego hasta 1000°C . Esto supone un punto de confianza en la metodología desarrollada, ya que las tres variables con mayor probabilidad de cambiar pueden ser medidas y actualizadas para cada ensayo.

Disponer de un modelo validado de la variación de las propiedades térmicas (α y κ) frente a la temperatura local del material permite obtener estimaciones del estado de degradación interno del material, proporcionando un conocimiento exhaustivo del estado del material tras la quema y de los procesos de degradación durante el ensayo. Este resultado es consecuente con los datos obtenidos experimentalmente y ha permitido un mayor entendimiento de su valor efectivo respecto al espesor.

Un análisis de termografía activa pulsada y un procesamiento de imagen utilizando el desfase temporal de la transmisión del calor durante el ensayo entre los puntos de la muestra (técnica *Pulsed Phase Thermography*), ha permitido obtener imágenes de los defectos internos en la muestra tras el ensayo a fuego (sección 8.3). Estos resultados han mostrado una buena correlación con el resto de resultados experimentales, y han proporcionado una información intuitiva sobre las etapas de degradación del material y el daño producido por la llama a través del espesor.

Finalmente, se puede concluir que el montaje experimental y el método de procesamiento presentado en esta tesis supone una herramienta apropiada y fiable para la caracterización de los materiales compuestos FRP durante ensayos a fuego reales. Una ventaja singular de la aproximación propuesta es que una única técnica, la termografía IR, se utiliza para medir, de una forma rápida y no intrusiva, sin interferir con los procesos industriales establecidos, los parámetros térmicos de las muestras y para proporcionar una información espacial exhaustiva de la evolución de la temperatura en ambas caras de la muestra. Este conocimiento experimental ha permitido comprender con gran evidencia experimental los procesos de degradación (pirólisis y generación de defectos) del material durante el ensayo.

Parte III. Caracterización durante ensayos a fuego

Un ensayo a fuego típico en un material compuesto FRP puede ser visto como un ensayo con calentamiento escalón donde cada punto de la muestras está expuesto a un flujo de calor ϕ de diferente intensidad, y en el que la conducción en el plano es despreciable, de modo que puede ser modelado por la ecuación del calor unidimensional (capítulo 9). Resolviéndola utilizando la transformada de Laplace, se obtiene la temperatura en la cara trasera de la muestra (T_{trasea}) mediante la convolución de la función escalón (Heaviside) con la función de respuesta a impulso (*irf*), que modela la respuesta de la placa a través de la difusividad térmica y el número de Biot: la forma y la escala del eje vertical de $T_{trasea}(t)$ es controlado por Bi , mientras que la escala eje horizontal (tiempo) está determinada por α .

Como en la práctica es muy difícil conocer con exactitud el flujo de calor en la cara frontal, una aproximación más practica y realista es la de sustituirlo por la

temperatura en la cara frontal (impactada por la llama) de la muestra ($T_{frontal}$), que es la proporcionada por el sistema de dos cámaras desarrollado. Tras resolver el problema con ϕ como entrada, la solución con $T_{frontal}$ es directa (sección 9.4): se obtiene una nueva irf tal que, mediante la convolución con $T_{frontal}$, proporciona la predicción del perfil $T_{traseira}^{modelo}(t)$. Ajustando este resultado modelado para la cara trasera con el resultado experimental $T_{traseira}(t)$, se recuperan los valores de α y Bi para cada punto de la placa.

Debido a la necesidad de un aumento en la velocidad de procesado, y para eliminar la sensibilidad diferencial del modelo a variaciones en α y Bi , la recuperación de estos dos parámetros se ha realizado en dos etapas (sección 10.1). Primero se obtiene Bi , a partir de la ratio $T_{traseira}/T_{delantera}$ en el estado estacionario; de esta forma, se obtiene una imagen de Bi , con poco nivel de procesado (cuasi-instantáneamente) y sin necesidad de método de ajuste. La imagen de Bi recuperada es un valor efectivo que promedia el efecto del intercambio de calor de ambas caras de la muestra con el ambiente. Consecuentemente, los mayores valores de Bi se miden en el centro de la muestra ($Bi_{centro} \sim 1$), donde la llama impacta de forma directa, y se reducen según nos movemos hacia los bordes de la muestra.

Se ha evidenciado como el modelo desarrollado basado en la experimentación y con el propósito de representar la fenomenología del ensayo, ha supuesto una buena aproximación de la respuesta general térmica del ensayo a partir del momento en que se alcanza el estado estacionario, incluso en el enfriamiento tras el apagado de llama (capítulo 10). De este modo se demuestra que los procesos no considerados, como la liberación y la absorción de calor por las reacciones químicas de descomposición, el calor por el movimiento de los gases de pirólisis, entre otros, reducen su influencia cuando el ensayo a fuego se extiende por varios minutos y se alcanza el estado estacionario.

La difusividad térmica se determina posteriormente mediante el ajuste de la temperatura de la cara trasera normalizada. Debido a que sólo proporcionan información de α las variaciones con el tiempo, un estado estacionario estricto no puede utilizarse para obtenerla, y se utiliza la etapa de enfriamiento inmediatamente posterior al apagado de la llama. La imagen de difusividad térmica obtenida tiene una variación significativa a lo largo de la placa (desde $\approx 7 \cdot 10^{-7} m^2 \cdot s^{-1}$ cerca de los bordes, hasta $\approx 0,4 \cdot 10^{-7} m^2 \cdot s^{-1}$ en el centro). Esta variación está correlacionada con la degradación por efecto del fuego en la muestra, y está altamente relacionada con la temperatura alcanzada en cada punto durante el ensayo a fuego.

Las difusividades medidas durante el ensayo a fuego con este método se han comparado con las que proporcionó el método flash clásico (sección 10.4). La imagen de α tras el ensayo a fuego (método clásico), se ha restado a la imagen de α durante el

ensayo a fuego, resultado una imagen $\Delta\alpha$ relacionada con la dependencia de α con la temperatura. De esta relación $\Delta\alpha$ vs. T se obtienen dos regímenes relacionados con los diferentes estados de degradación presentes en la muestra. La temperatura de 450°C se ha identificado como un indicador de un cambio en el estado de degradación del material. La pendiente resultante de $\Delta\alpha(T) = -1,5 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ para $T < 450^\circ\text{C}$ ha mostrado un acuerdo razonable con los análisis publicados por otros autores en materiales compuestos CFRP con matriz epoxi. Para $T > 450^\circ\text{C}$ la pendiente resultante de $\Delta\alpha(T)$ ha sido de $3 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

Los valores obtenidos son efectivos y promedian la información a través del espesor. Sería necesaria más información para definir inequívocamente la variación con la temperatura de los parámetros térmicos asociados a la difusividad térmica y el número de Biot, cómo son la conductividad térmica y el calor específico volumétrico. Un interesante próximo paso, en continuidad de los trabajos desarrollados en esta tesis, sería la comparación de los resultados de la actual metodología con otros métodos bien establecidos como termogravimetría, calorimetría diferencial de barrido o espectrometría de los gases producto de la combustión.

En conclusión, el sistema desarrollado, el montaje experimental y la metodología presentados en esta tesis posibilitan, por primera vez, la medida *in situ* el número de Biot y la difusividad térmica para cada punto de una muestra plana durante un ensayo a fuego. Estos parámetros (la difusividad en particular) están fuertemente relacionados con la degradación térmica de la muestra, y por lo tanto su medida en condiciones reales de ensayo proporciona un valioso conocimiento en el proceso de degradación del material. Toda la información ha sido obtenida mediante métodos que no requieren contacto, por lo tanto sin afectar al comportamiento a fuego y utilizando única técnica y montaje experimental que es compatible con los procedimientos de ensayos a fuego estándar de los laboratorios de ensayos a fuego. Además, tener a disposición el mapa de temperatura de la cara calentada por la llama ha permitido desarrollar un modelo de la evolución térmica del material sin necesidad de caracterizar los complejos procesos de transmisión de calor entre la llama y la muestra.

Conclusiones, contribuciones de esta tesis y líneas de trabajo futuro

A la vista de los resultados obtenidos, se puede concluir que el objetivo general y las condiciones de trabajo que se formularon al principio de esta memoria han sido cumplidas con éxito. Los trabajos planificados en el comienzo de esta memoria se ha satisfecho, e incluso durante el transcurso del trabajo realizado se ha llevado a un desarrollo mayor que el proyectado inicialmente.

Las principales contribuciones de esta tesis son:

- El sistema desarrollado que permite:
 - La medida con precisión de la temperatura durante ensayos a fuego en la cara del material impactada por la llama.
 - La obtención de los mapas de temperaturas correlacionados entre las dos caras de una muestra plana de material compuesto fibra-polímero.
 - La medida sin contacto de las propiedades térmicas del material tras el ensayo a fuego.
 - La medida de las propiedades térmicas del material durante el ensayo a fuego y a la temperatura del ensayo.
- La disponibilidad de esta información en forma de imágenes corregistradas entre sí ha permitido la evaluación de los siguientes procesos:

- Estudio de la formación de daños en el material por efecto del fuego como: roturas de fibras, delaminaciones internas, porosidad, o descomposición en carbonilla.
- El modelado de las propiedades térmicas en relación a la descomposición del material, lo que ha permitido definir las temperaturas críticas de comienzo de la degradación por pirólisis y la de su culminación en carbonilla.
- El modelado semiempírico en tres dimensiones de la distribución de la degradación por cada capa del material.
- La estimación del efecto de la temperatura de ensayo en el valor de las propiedades térmicas.

Estas contribuciones ponen a disposición de diseñadores y fabricantes de los materiales compuestos fibra-polímero en los diferentes sectores industriales una nueva forma de abordar el estudio del comportamiento a fuego de estructuras basadas en estos materiales.

La intersección de disciplinas en la que se ubica este trabajo ha supuesto uno de los mayores retos a los que nos hemos enfrentado, aunque al mismo tiempo podemos señalar a la heterogeneidad de ese contexto como el origen de gran parte de las contribuciones realizadas. La búsqueda de analogías entre las técnicas clásicas más establecidas y nuestra aproximación a partir de tecnología de imagen en el infrarrojo, la aplicación de nuestro sistema durante los ensayos, la asimilación y aplicación de las técnicas y puntos de vista provenientes de otros campos como los de laboratorios del fuego o análisis químico de materiales, así como exploración de áreas de conocimiento próximas, han enriquecido este trabajo y ponen de manifiesto la utilidad de su planteamiento.

En esta tesis se han abordado algunas de las posibilidades de aplicación del sistema desarrollado; no obstante, el límite de sus posibilidades prácticas está aún por definir y queda la puerta abierta al uso de nuevos enfoques tanto sobre los aspectos tratados como sobre otros de igual interés y que en el futuro puedan derivarse, de forma que se obtenga un aprovechamiento real de las contribuciones realizadas.

Cabe mencionar dos siguientes pasos de la aplicación del conocimiento adquirido en esta tesis doctoral que son de gran interés en la actualidad (ambos se encuentran en la lista de trabajos abordados durante la investigación pero no finalizados y por lo tanto no presentados).

El primero de ellos es el de la simulación predictiva de los ensayos a fuego sobre materiales compuestos (virtualización de los experimentos), cuestión sobre la que se han depositado grandes esfuerzos en esta y otras investigaciones y se han conseguido grandes avances. Sin embargo, este campo de investigación aún presenta

algunas limitaciones que han de resolverse, y sobre la que el mayor entendimiento que proporcionan nuevas herramientas de análisis como la desarrollada en este trabajo son clave para conseguirlo. En concreto, un problema de gran trascendencia en la simulación predictiva es el de la caracterización y modelado de la potencia calorífica de la llama que es transmitida de la llama a la muestra, y de todos los procesos térmicos que se dan en este contexto. El sistema desarrollado, junto con la posibilidad de medir y modelar la temperatura en la cara impactada por la llama como se ha expuesto en esta tesis, son un punto de partida de excelentes posibilidades para abordar con éxito este objetivo.

El otro campo de investigación que abre el trabajo realizado en esta tesis doctoral es el análisis de ensayos a fuego de estructuras de material compuesto sometidas a cargas mecánicas que simulan comportamientos en servicio. La solución con sensores de imagen, la eliminación de los efectos de la llama en la medida de temperatura, la definición de la degradación en interior de la muestra y las capacidades de modelado basado en datos experimentales, entre otros de los planteamientos a lo largo de esta tesis, pueden ofrecer un gran servicio a éste, que es el gran reto actual de la investigación en ensayos a fuego sobre materiales compuestos fibra-polímero.

APÉNDICES

Apéndice A: Procedimientos

11.1 Apéndice A.1: Procedimiento para la medida de temperatura en ensayos a fuego

Los cámaras utilizadas para la medida de temperatura durante ensayos a fuego deben cumplir las siguientes características:

Detector

Tipo de detector	Microbolómetro no refrigerado
Material detector	Oxido de vanadio (VO_x)
Rango espectral	$7.5\text{-}14.0\ \mu m$
Resolución	mínimo 320×240 / recomendado 640×512
Tamaño del detector (<i>pitch</i>)	$< 25\ \mu m$
NETD	$< 50\ mK$
Temperatura de operación	$0^\circ C$ a $+65^\circ C$ - Termoestabilización del FPA
Otras características	- Corrección de campo plano mediante obturador (<i>shutter</i>)

Electrónica/Imagen

Frecuencia de muestreo	$60\ Hz$
Rango dinámico	$14\ bit$
Transmisión de datos en tiempo real	Gigabit Ethernet ($60\ Hz$)
Interfaz de control y la transmisión de datos	Gigabit Ethernet

Medida

Rango de temperatura	desde $T_{ambiente}$ hasta $1200^\circ C$
Precisión	$\pm 2\%$ de la lectura

Lente para visualizar estructuras completas

Distancia focal	$18.0\ mm$
Número F	$f/1.3$
Banda espectral	$7,5 - 14,0\ \mu m$
Distancia mínima de enfoque	$\leq 100mm$

Lente zoom

Distancia focal	$50\ mm$
Número F	$f/1.5$
Banda espectral	$7,5 - 14,0\ \mu m$
Distancia mínima de enfoque	$\leq 500mm$

Filtro de llama

Banda espectral	Centrado= $9585\ nm$ Ancho= $935\ nm$
Diámetro	$25.4\ mm$ (1")

Además de las especificaciones detalladas arriba, que son típicas de los sistemas infrarrojos no refrigerados en LWIR, es muy recomendable situar las cámaras en un armazón para generar un mayor aislamiento. Algunas características relevantes del diseño de este armazón son:

- Abertura adaptada al tamaño del objetivo de la cámara, de diámetro mayor para evitar “efecto diafragma”.
- Estructura metálica de aluminio para conseguir una alta reflectancia, reduciendo el calentamiento por radiación de la llama.
- Agujeros en la parte delantera para facilitar la ventilación.
- Tobera en la parte trasera para situar un tubo con un flujo constante de aire seco a temperatura ambiente ($\sim 20^{\circ}C$) que se aplica durante el ensayo.

MONTAJE

I. Conectar todas los equipos cumpliendo los siguientes requisitos:

- Mantener cada cámara conectada a una regleta independiente con protección anti-picos eléctricos. Si en la instalación existe una conexión a un sistema de alimentación ininterrumpida (SAI) usar estos enchufes.
- Situar los ordenadores de preparación y medida fuera de la sala de ensayo.
 - Si existen líneas de distribución de conexión ethernet, utilizarlas; si no, utilizar cables ethernet extensores (máximo 15 m).

II. Posicionar ambas cámaras visualizando cada uno de las caras de la placa de ensayo. Se deben cumplir los siguientes requerimientos:

- Ambas cámaras deben visualizar las cuatro esquinas de la placa (para la posterior corrección).
- Medir las dimensiones de la placa visibles (para la posterior corrección, y también debido a que el marco en el que se sitúa la placa en ocasiones deja visible áreas diferentes en cada cara).
- Ninguna de las cámaras debe situarse con un ángulo mayor de 30° respecto a la normal del plano de la superficie de la placa (para evitar variaciones por efecto de la emisividad direccional).
- La cámara que se sitúa en la cara de la llama debe visualizar alguna región fuera de la placa que se corresponda con una superficie que no tenga ningún impacto de la llama directo o indirecto (se utilizará para el análisis y corrección de la deriva térmica por el calentamiento de la cámara durante el ensayo).

- Una vez completados estos pasos fijar los trípodes.
 - Este procedimiento se realizará con una configuración (tiempo de integración) para temperatura ambiente sin necesidad de calibración (para facilitar la visualización).
- II.I. En el caso de que se pretenda utilizar una cámara con zoom sobre alguna región de la muestra:
- Buscar referencias visibles en la imágenes de zoom y en la de la cámara de superficie completa (para posterior referenciación).
- Las referencias deben estar dispersas por la imagen de zoom cerca de las cuatro esquinas de la imagen.
- Si no existen estas referencias: antes del ensayo marcar puntos con una cinta adhesiva de aluminio, adquirir una imagen con las dos cámaras (con y sin zoom) que se tomará como referencia y despegar las marcas para no interferir en el ensayo a fuego .
- III. Una vez situadas las cámaras, adquirir una imagen en visible que será utilizada como referencia del montaje antes de la configuración para medida en el ensayo.
- IV. Colocar el filtro de llama en la cámara correspondiente.

NOTA: El montaje está pensado para medir muestras planas; no obstante, también es válido para muestras no planas, aunque es muy probable que en este tipo de muestras existan zonas que queden ocultas a alguna de las cámaras. En este caso, una solución sería aumentar el número de cámaras en cada cara para evitar zonas ocultas.

MEDIDA

- I. Configurar los tiempos de integración correspondientes en cada cámara:
- El rango de temperatura variará en base a las características de la llama y de la muestra. Un rango orientativo para la mayoría de ensayos a fuego es:
 - Cámara cara de llama: de $T_{ambiente}$ a $1000^{\circ}C$
 - Cámara cara trasera: de $T_{ambiente}$ a $500^{\circ}C$

Puede varían sobre todo para espesor $< 1,5\text{ mm}$ y si existen tornillos pasantes entre caras que transmitan fuentes de calor a alta temperatura en la cara trasera.
 - Configurar previamente en el laboratorio de la siguiente forma:

- Con dos referencias de temperatura controlada y conocida fijar las temperaturas máxima y mínima del rango de trabajo.
 - El tiempo de integración debe ser el valor que permita incluir las dos temperaturas dentro del rango de medida de la cámara.
 - Además se debe asegurar el trabajo en el rango lineal del detector. El valor del tiempo de integración debe proporcionar al menos un valor de la referencias de baja temperatura mayor al 10 % del valor de ruido del detector, y un valor de referencia de alta temperatura 10 % menor que el valor de saturación del detector.
- II. Comprobar que existe espacio libre suficiente en el disco duro. Mínimo 5 *Gb* de espacio libre serán necesarios para cada adquisición.
- III. Obtener imágenes de offset (para evaluar el ruido del sistema antes del ensayo).
- Utilizar una superficie homogénea que no genere señal por encima del ruido de la cámara.
- Debido a la configuración para el ensayo a fuego (filtro, junto con un rango de temperatura amplio para alta temperatura) cualquier superficie plana y homogénea a temperatura ambiente es válida.
- Adquirir al menos 100 imágenes.
- IV. Configurar la frecuencia de adquisición.
- Se realiza en base a los eventos esperados en el ensayo a fuego.
 - Para un ensayo de placa plana con llama tipo jet una frecuencia de adquisición de 10 *Hz* es suficiente.
- V. Configurar el tiempo de adquisición. Se realiza en base a la duración del ensayo (llama encendida):
- Dejar margen al inicio de la quema de aproximadamente un minuto (para prever fallos en el inicio de la llama y medir el encendido).
 - Grabar el enfriamiento de la placa durante al menos un minuto.
- VI. Antes del ensayo anotar todos los datos de interés de la configuración en una hoja de medidas.
- Frecuencia de adquisición
 - Tiempo de adquisición.

- Tiempo de integración y otros datos de ganancia o configuración radiométrica de las cámaras
- Filtro/s utilizado/s.
- Distancia de las cámaras al centro de la muestra.
- Distancia del desplazamiento de las cámaras respecto al centro de la muestra (si lo estuvieran).
- Es recomendable realizar fotografías del montaje general y de todos los detalles relevantes.

VII. Comprobar que ningún parámetro del montaje o la configuración de las cámaras ha cambiado y realizar el ensayo.

VIII. Tras el ensayo y una vez parada la grabación,

- Hacer una copia de seguridad de los resultados en un disco duro externo.
 - Nombrar la adquisición con el siguiente código: quemaIR + CC (de cara caliente o de llama o) o CF (de cara fría o trasera) + año + mes + día + lugar + tipo de muestra + duración del ensayo + otras características singulares del ensayo (si las hubiera).
- Y si los hubiera, guardar:
 - Otros vídeos de visible con el mismo código que el vídeo IR cambiando en el inicio quemaIR por quemaVIS.
 - Las calibraciones realizadas sobre la llama antes o después del ensayo a fuego.

PROCESADO

PROCESADO DE LA SECUENCIA DE LA CARA DE LLAMA

I. Corrección de no uniformidades

- A partir de dos referencias situadas en el rango dinámico lineal del detector.
- Es recomendable que las referencias estén lo más separadas posible en el rango dinámico.
- Para tomar las medidas de referencia se debe situar una placa de temperatura homogénea en toda la superficie (referencia) lo más cerca posible del exterior de la lente de la cámara y asegurando que se ocupa toda la imagen (de este

modo todos los detectores están desenfocados y de este modo se corrigen las posibles inhomogeneidades de las referencias, asegurando así que reciben la misma energía de la referencia).

- Antes de tomar las referencias, las cámaras deben estar estabilizadas.

Para asegurarlo, esperar entre 5 y 15 minutos para su estabilización térmica.

Una comprobación adicional recomendable es registrar la señal media de una región de píxeles con el tiempo que proporciona una referencia (cuerpo negro o un objeto con temperatura estable). En el momento que esta señal no cambie frente al tiempo más allá del ruido del detector durante al menos un minuto, se puede considerar el detector está estabilizado.

- II. Resta la imagen de offset obtenida antes del ensayo con el sistema configurado (filtro y tiempo de integración) para la medida durante el ensayo.

- La imagen de offset se obtiene a partir de la media temporal de todas las imágenes adquiridas antes del ensayo de una superficie homogénea que sin señal por encima del ruido de la cámara (ver sección anterior relativa al montaje).

- III. Calibración en radiancia de la secuencia.

- Relación entre radiancia [$W \cdot m^{-2} \cdot sr \cdot \mu m$] y nivel digital proporcionado por la cámara.
- Esta relación se obtiene a partir de la medida de cuerpos negros (superficies de temperatura y emisividad estable y conocida) a diferentes temperaturas.

- IV. Restado de la imagen de llama (eliminar la componente de frecuencia cero de la llama).

- Se obtiene a partir del estudio de los instantes de encendido y apagado del quemador en el ensayo.
- Ambas se relacionan con un factor de ponderación (f), que toma valores entre 0 y 1, de la siguiente forma:

$$L_{llama}(x, y) = L_{llama_{ini}}(x, y) \cdot (1 - f) + L_{llama_{fin}}(x, y) \cdot f \quad (11.1)$$

- f se obtiene como la función de ajuste de un perfil temporal de la imagen durante el ensayo que contenga llama y fondo frío (es decir, únicamente influenciado por la llama).

- f comienza en el instante después de la subida brusca ocasionada por el encendido de la llama con valor 0, y finaliza en la estabilización del perfil de llama y fondo frío con valor 1 (de este modo genera una imagen de llama formada completamente por la imagen de encendido hasta acabar con una imagen de llama formada sólo por la de apagado).

v. Eliminación de la deriva térmica de la cámara durante el ensayo.

- Obtener el valor medio de una región de píxeles correspondientes a una superficie no afectada por la emisión de la llama.
- Restar a toda la imagen el valor en cada instante de la media realizada.

vi. Eliminar bandas desde el comienzo de la grabación hasta el encendido de la llama.

- Estimar este instante visualizando imágenes y perfiles temporales.

vii. Filtrado paso bajo en frecuencia de los efectos de la llama.

- Utilizar el filtro diseñado de frecuencia de corte 0.2 Hz .

viii. Calibración en temperatura de la secuencia.

- Mediante la ley Planck con el valor de emisividad correspondiente incluido, generar curvas teórica de radiancia espectral para varios valores de temperatura en el rango de calibración.
- Integrar el valor de radiancia en el intervalo espectral de la cámara teniendo en cuenta la presencia de filtros interferenciales (como es el filtro de llama).
- Representar la relación entre la temperatura y la radiancia, y ajustar a un polinomio de grado n que genere un buen ajuste ($R^2 > 0,9$).

PROCESADO DE LA SECUENCIA DE LA CARA TRASERA

i. Corrección de no uniformidades

ii. Resta la imagen de offset obtenida antes del ensayo con el sistema configurado (filtro y tiempo de integración) para la medida durante el ensayo.

iii. Calibración en radiancia de la secuencia.

iv. Eliminar bandas desde el comienzo de la grabación hasta el encendido de la llama.

v. Calibración en temperatura de la secuencia.

Todos los pasos anteriores se realizan de la misma forma que fueron descritos para la secuencia de la cara de la llama.

CORREGISTRACIÓN DE LAS SECUENCIAS DE AMBAS CARAS

- I. Girar especularmente las imágenes de la secuencia de la cara trasera.
- II. Georreferenciar las imágenes; o lo que es lo mismo, posicionar cada píxel de las imágenes en base a un sistema de coordenadas fijo.
 - Utilizar las funciones de matlab o ENVI para georreferenciar.
 - Incluir el tamaño de píxel de cada imagen.
 - Si los tamaños de píxel son diferentes en ambas caras (muy probable), se generaran imágenes georeferenciadas de diferentes tamaño en número de píxeles.
 - Para conseguir imágenes del mismo tamaño en número de píxeles, se recomienda convenir un tamaño de píxel igual para ambas imágenes para introducir en la georeferenciación.
 - El tamaño de píxel convenido deber ser cercano al real en cada cara. Una buena solución es incluir la media de los tamaños de píxeles de las dos secuencias.
 - Definir los puntos de control en ambas caras.
 - Una buena referencia son las esquinas de la muestra.
 - Tomar un punto origen ($x = 0, y = 0$).
 - Anotar la distancia relativa de cada punto de control al origen.
 - Es importante tener presente que no siempre coinciden los tamaños de la muestra visibles en ambas caras (debido a los marcos utilizados para el ensayo).

11.2 Apéndice A.2: Procedimiento de medida de la emisividad

MONTAJE

El montaje para la medida de la emisividad se muestra en la Figura 11.1. Los componentes utilizados y los detalles del montaje son:

- I. Manta térmica *WATLOW silicon rubber heater L200220C2*.
 - Modulo de control realimentado con dos termopares de superficie de control de la temperatura de la muestra.
- II. Soporte de madera elevado como protección para el suelo.
- III. Muestra plana de material compuesto CFRP antes o después del ensayo a fuego.
 - Posicionar encima y en el centro de la manta térmica.
- IV. Cinta de aislamiento eléctrico *3M Scotch Super 88 vinyl* como referencia de alta emisividad conocida.
 - Si la muestra es inhomogenea en la superficie (i.e., compuestos CFRP quemados), la cinta debe colocarse junto a la región que se quiere medir y de este modo asegurar que la región medida y la referencia están a la misma temperatura.
 - Manipular siempre con guantes de látex desechables nuevos.
- V. Cuatro pesas para asegurar buen contacto entre muestra y manta.
 - Situar en la cuatro esquinas de la muestra para no dañar la superficie.
- VI. Cámara IR para sintonizada en la región espectral que se requiere para la medida.
 - Si es necesario colocar un filtro IR para reproducir el ancho de banda espectral de la medida que se pretende calibrar.

MEDIDA

- I. Se fija el acondicionamiento del laboratorio a la mínima temperatura ambiente posible y que asegure estabilidad.
 - Al menos es recomendable 20 °C.

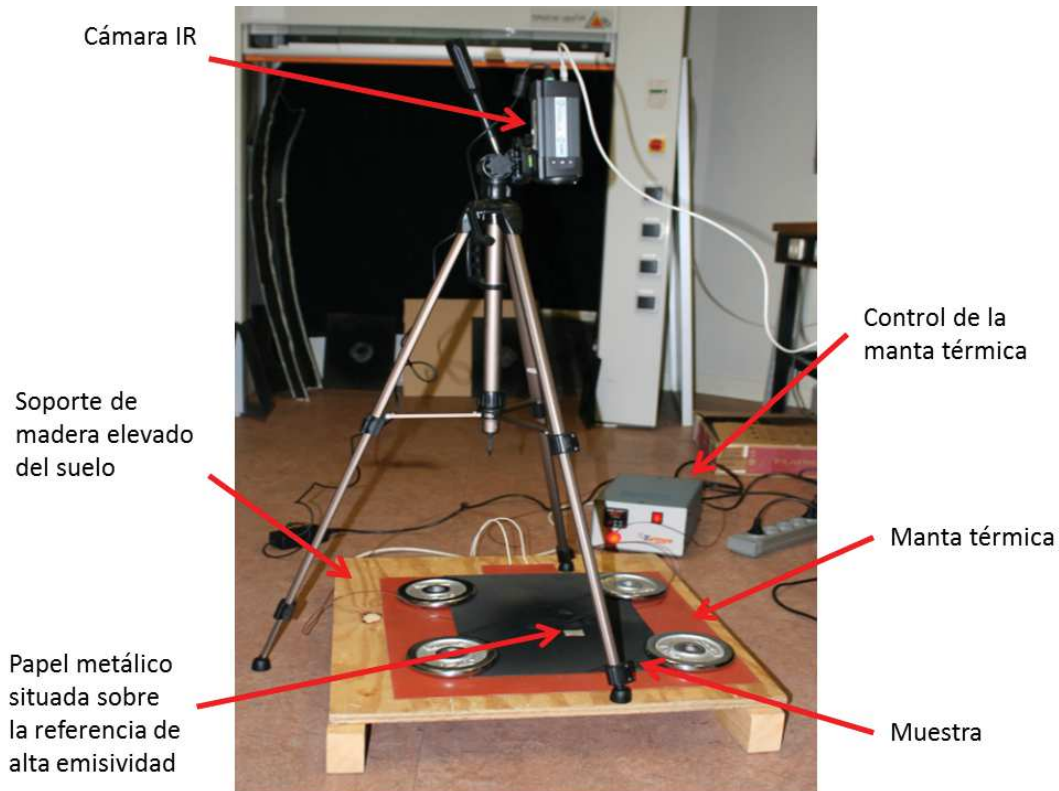


Figura 11.1: Montaje para realizar el procedimiento de medida de la emisividad.

- Medir la temperatura ambiente con un termómetro ambiental y esperar a que la medida se estabilice.
- II. Encender la cámara y esperar hasta estabilización. Para ello monitorizar un cuerpo caliente estable (cuerpo negro a temperatura 5-10 K superior al ambiente) y esperar a que la señal se estabilice frente al tiempo.
- III. Se calienta la manta térmica.
- La temperatura de consigna de la manta debe ser inferior siempre a la de degradación del material. Consultar esta información al fabricante, si no se dispone de dicha información no superar los 60 $^{\circ}C$.
- Se debe tener en cuenta que existirá un gradiente entre la cara calentada por la manta térmica y la cara posterior de medida.
- IV. Monitorizar con la cámara térmica un perfil de temperatura frente al tiempo en la región que se pretende medir, y esperar hasta que esa región alcance el estado estacionario térmico.
- En el momento del estado estacionario, se supondrá que la región medida y la referencia están a la misma temperatura.

- v. Obtener offset.
 - Colocar una superficie homogénea y fría (que no proporcione señal por encima del ruido de la cámara) delante del objetivo.
 - Adquirir a máxima velocidad de muestreo de la cámara IR 100 imágenes.
- vi. Adquirir a máxima velocidad de muestreo de la cámara IR 100 imágenes de la región de interés (región de medida y referencia en el campo de la imagen).
 - Repetir la medida cuatro veces en intervalos espaciados en el tiempo de al menos 1 segundos. De este modo se evalúa la estabilidad de la manta y se da redundancia a la medida para identificar y descartar errores humanos.
- vii. En el caso que la zona medida y la referencia tengan emisividades muy similares, será difícil identificar la referencia en la imagen. En este caso, colocar sobre la referencia un recorte de papel metálico y adquirir una imagen. Esta imagen será la que indicará la posición de la referencia en la imagen. Para ello es muy importante que el montaje no se modifique durante todo el procedimiento.
- viii. Se vuelve a adquirir offset de la misma forma que en el punto anterior.

PROCESADO

- i. Comprobar que las adquisiciones offset tomadas al inicio y al final de la medida no varían significativamente entre sí.
 - Si la variación entre ellas fuera cualitativamente apreciable, indicaría que la temperatura ambiente durante el ensayo ha variado y debería repetirse todo el procedimiento tras revisar el sistema de acondicionamiento de la habitación.
- ii. Hacer la media de todas las imágenes de offset adquiridas.
- iii. Restar la imagen de offset media a cada adquisición.
- iv. Calibrar en radiancia las imágenes adquiridas.
- v. Con un programa de análisis de imágenes (Envi, Matlab, ImageJ, etc.) obtener la radiancia de la región de interés y de la zona de referencia.
 - Realizar la media de un grupo de píxeles sobre la región de medida y sobre la referencia.

- Sobre el valor medio de cada grupo de píxeles obtenido en el paso anterior, realizar la media de las 100 imágenes adquiridas.
- VI. Calculamos la emisividad $\varepsilon_{obj.}$ a partir de la emisividad de referencia $\varepsilon_{ref.}$, la radiancia medida de la zona de interés L_{mo} , la radiancia medida de la referencia L_{mr} , y la radiancia medida del fondo $L_{mf} = L_{cn}(T_{amb.})$.

$$\varepsilon_{obj.} = \frac{L_{mo} - L_{mf}}{L_{mr} - L_{mf}} \varepsilon_{ref.} \quad (11.2)$$

11.3 Apéndice A.3: Procedimiento de medida de las propiedades térmicas

MONTAJE

Los componentes utilizados:

- I. Cámara trasera del sistema de dos cámaras para la medida de temperatura durante ensayos a fuego.
- II. Lámpara flash modelo *EH Pro 6000 de Hensel Studiotechnik* ($\times 2$ para la caracterización en superficie).
- III. Reflector concentrador de energía para cada lámpara.
- IV. Fuente de alimentación *TRIA 6000 S de Hensel Studiotechnik*.
- V. Calibre con precisión de al menos $0,1\text{ mm}$.
- VI. Báscula con precisión de al menos $0,1\text{ g}$.
- VII. Termómetro para la medida de temperatura ambiente.

A continuación se describen los detalles del montaje para la medida puntual de las propiedades térmicas:

- I. La muestra del ensayo debe estar situada vertical y firmemente sujeta.
- II. Se sitúa una lámpara flash centrada sobre el punto a caracterizar, enfrentada y paralela a la superficie de la muestra,
a una distancia para la cual se conozca previamente la energía de la lámpara depositada sobre el material y que sea lo suficientemente alta como para provocar un aumento de temperatura en la cara trasera de al menos 4 K (una distancia adecuada es 200 mm entre el límite exterior del concentrador y la superficie de la muestra).
- III. La cámara infrarroja de medida se sitúa midiendo la cara posterior ensayada.
 - Si la zona del ensayo y las características de la muestra lo permiten, situar la cámara enfrentada y alineada a la muestra.
 - Se recomienda visualizar con la cámara la superficie completa de la muestra para poder ubicar la distancia del punto ensayado relativo a las esquinas.

- Si esto no es posible se pueden realizar marcar puntuales pegando pequeños trozos de cinta adhesiva de aluminio dentro del área visible en la imagen, y tomar la distancia de estas marcas a las esquinas de la muestra.
- IV. Comprobar que no existe ningún ventilador, aire acondicionado, o flujo de aire caliente o frío impactando directamente sobre la muestra.
- V. Asegurar en la medida de lo posible la estabilidad térmica de la zona de ensayo.

MEDIDA

- I. Medir las dimensiones de la muestra:
 - Superficiales con un metro suficientemente extenso.
 - El espesor con calibre con precisión de al menos $0,1\text{ mm}$.
- II. Pesar la muestra con una báscula de precisión al menos $0,1\text{ g}$
- III. Configurar los parámetros de ganancia y tiempo de integración de la cámara para conseguir la máxima sensibilidad desde temperatura ambiente hasta un incremento de temperatura $\sim 30^\circ$ sobre el ambiente.
- IV. Configurar la duración de la adquisición de la cámara con los siguiente requerimientos:
 - Medir hasta haber alcanzado claramente el estado estacionario. Una buena referencia para marcar el fin de la adquisición se puede obtener estimando aproximadamente $t_{0,5}$.
 - $t_{0,5} = 0,14 \frac{L^2}{\alpha}$, incluyendo el espesor medido con el calibre y una estimación de bibliografía de la difusividad térmica (α). Una estimación conservadora para la difusividad térmica sería:
 - en materiales no quemados $1 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.
 - en materiales quemados $0,1 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.
 - El tiempo máximo de ensayo, para asegurar una buena medida del estado estacionario, se tomaría como 15 veces $t_{0,5}$.
 - Medir a la máxima frecuencia de adquisición posible.
- V. Anotar todos los datos de interés de la configuración en una hoja de medidas.
 - Frecuencia de adquisición

- Tiempo de adquisición.
- Tiempo de integración y otros datos de ganancia o configuración radiométrica de las cámaras.
- Distancia de la cámara al centro de la muestra.
- Distancia del desplazamiento de la cámara respecto al centro de la muestra (si existiera).
- Óptica y filtro (si lo hay) utilizados.
- Es recomendable realizar fotografías del montaje general y de todos los detalles relevantes.

VI. Realización del ensayo:

- Comprobar la estabilización y homogeneidad térmica de la muestra.
 - Utilizar un perfil temporal de una región de píxeles de la muestra, y asegurarse de que la temperatura en la muestra no varía respecto al tiempo por encima del ruido de la cámara.
 - Utilizar perfiles horizontales y verticales de lado a lado de la muestra para asegurar que la variación de la temperatura a lo largo de la superficie no varía por encima del ruido.
 - Si se observa inhomogeneidad esperar hasta que se consiga. Una forma de acelerar el proceso de homogeneización es con el uso de ventiladores (si se utilizan deben ser eliminados unos minutos antes del comienzo del ensayo).
- Si existe una señal analógica que conecte el disparo del flash con el inicio de la adquisición es recomendable utilizarla. Si la cámara utilizada no lo permite, comenzar la adquisición de la cámara antes de disparar el flash (tener en cuenta este intervalo de tiempo a la hora de configurar la duración de la adquisición de la cámara).
- Es importante que ni personal ni el ordenador de adquisición se encuentren enfrentados a la superficie de medida de la cámara durante la medida del experimento tras el flashazo; ya que se podrían generar reflejos que perturbaran la medida.

VII. Tras el ensayo y una vez parada la grabación,

- Hacer una copia de seguridad de los resultados en un disco duro externo al ordenador de medida.

- Nombrar la adquisición con el siguiente código: flash + año + mes + día + lugar + tipo de muestra + identificador de la cara por la que se aplica el flashazo + otras características singulares del ensayo (si las hubiera).

NOTA: Para realizar la caracterización de la difusividad térmica de una superficie de la muestra en un sólo experimento, todos los pasos se realizan igual y únicamente se sitúan dos lámparas paralelas en lugar de una.

PROCESADO

El procesamiento de los datos se realiza en *dos etapas*:

Etapas 1

- I. Ajuste entre perfil modelado y perfil experimental de respuesta a flash para obtener la difusividad térmica y el número de Biot (factor de pérdidas por enfriamiento).
- II. A partir del número de Biot se obtiene la fracción de la disminución del incremento de la temperatura máxima respecto al caso sin pérdidas (ΔT_{max}). Con este dato junto a la potencia de calentamiento del flash absorbida por la muestra (Q), y el espesor (L), se obtiene el calor específico volumétrico ($c_p\rho$) como:

$$c_p\rho = \frac{Q}{L\Delta T_{max}} \quad (11.3)$$

- III. Con la difusividad térmica del ajuste (α) y el calor específico volumétrico anterior, se obtiene la conductividad térmica (κ) de la siguiente forma:

$$\kappa = \alpha c_p\rho \quad (11.4)$$

1. Obtener el perfil temporal completo de la cara trasera al flashazo adquirido con la cámara infrarroja correspondiente a la región de píxeles centrada con el impacto del flash.
2. Calibrar el perfil en temperatura.

Etapas 2

El proceso posterior se realiza con un programa desarrollado en Matlab e incluido en el software MatLIR (función: “caracterización térmica”).

El software irá pidiendo al usuario los siguientes datos sobre el experimento:

- Banda del perfil correspondiente al instante de disparo del flash.
- Espesor de la muestra.
- Frecuencia de adquisición.
- Potencia de calentamiento del flash absorbida por la muestra.
- Valores iniciales de difusividad térmica y número de Biot para el inicio del procedimiento de ajuste.
- Banda final del ajuste.

Curriculum Vitae y contribuciones

Curriculum Vitae

Sergio Sánchez Carballido es ingeniero graduado en Ingeniería Electrónica Industrial y Automática por la Universidad Carlos III de Madrid (2009), habiendo cursado en el mismo centro los estudios de post-grado correspondientes al Máster de Sistemas Electrónicos Avanzados (2012), a continuación accedió al programa de doctorado en Ciencia e Ingeniería de Materiales. Desde el año 2009 forma parte del grupo de investigación del Laboratorio de Sensores, Teledetección e Imagen IR, dentro del Departamento de Física de la Universidad Carlos III de Madrid, y desde el año 2013 desempeña sus tareas en base a un contrato para Personal Investigador Pre-doctoral en Formación (PIPF).

Contribuciones realizadas

Los principales resultados expuestos en las Partes II y III de esta tesis han sido publicados en:

- S. Sánchez-Carballido, C. Justo-María, J. Meléndez, J., and F. López. A Quantitative Infrared Imaging System for In Situ Characterization of Composite Materials in Fire Tests. *Fire Technology*, 1-23, (2016).
- S. Sánchez-Carballido, C. Justo-María, J. Meléndez, F. Cortés, and F. López, F.J. López. del Cerro. Experimental Determination of the Thermal Parameters of Carbon Fibre Composite Materials Exposed to Fire by Infrared Imaging Pulse

Thermography. *International Journal of Thermophysics*, Vol 34, pp 1606-16016, Ed. Science+Business Media, New York, 2013.

Los principales resultados en la Parte IV de esta tesis se describirán en un artículo pendiente de publicación presentado en la revista *Fire Technology* con el título:

- S. Sánchez-Carballido, C. Justo-María, J. Meléndez, and F. López. Measurement of the thermal parameters of composite materials during fire tests with quantitative infrared imaging. *Fire Technology*, Presentado para publicación.

Otros de los trabajos enmarcados en el ámbito de esta tesis doctoral se presentaron en los siguientes congresos científicos:

- S. Sánchez-Carballido, C. Justo-María, and F. López. Thermal characterization of composite materials exposed to fire: Quantitative comparison between classic and infrared-nondestructive methods. *12th QIRT Conference*, pp. 3-4 (2014).
- S. Sánchez-Carballido, C. Justo-María, and F. López. Contactless thermal parameters characterization based on infrared image methods: Uncertainly improvement of flash method for thin samples. *11th European Conference on Non-Destructive Testing (ECNDT)* (2014).
- C. Justo-María, S. Sánchez-Carballido, and F. López. A novel methodology for thermal characterization of composite materials at high temperature: Application to thermal shields. *6th International Symposium on NDT in Aerospace* (pp. 12-14) (2014).
- S. Sánchez-Carballido, C. Justo-María, F. Cortés, J. Meléndez, F. López, and F.J. López del Cerro. Infrared thermography for non-invasive characterization of thermal properties of CFR-Composite materials exposed to fire. *Proceedings of the 11th QIRT Conference* (2012).

Otras publicaciones y congresos realizadas en otros temas no relacionados directamente con el trabajo realizado en esta tesis doctoral

- I. Arruego, F. López et al. Sun Irradiance and Dust Sensor Investigations on board the ExoMars 2018 Lander. *13th International Planetary Probe Workshop*, 1-22 (2016).
- J. H. Adams, S. Ahmad, ... A. Zuccaro Marchi. The infrared camera onboard JEM-EUSO. *Experimental Astronomy*, 40(1), 61-89. (2015)

- S. Sánchez-Carballido, C. Justo-María, and F. López. Detección y cuantificación de porosidad en materiales compuestos mediante técnicas de análisis no destructivo infrarrojo. *13º Congreso Nacional de Ensayos No Destructivos*. (2015)
- S. Sánchez-Carballido, J. Meléndez, F. López, and E. Olías. Characterization of defects in encapsulated solar modules using infrared lock-in thermography. *SPIE Solar Energy+ Technology* pp. 882504-882504. (2013)
- S. Sánchez-Carballido, C. Justo-María, and F. López. Termografía multibanda: Un procedimiento para la medida precisa y sin contacto de la temperatura. *5º Congreso Español de Metrología* (2013)

Participación en Proyectos de I+D competitivos financiados en Convocatorias públicas

A continuación presento los proyectos de investigación financiados más importantes en los que he trabajado hasta este momento. El área de conocimiento y aplicación de cada proyecto es diferente; no obstante, en todos ellos la solución aportada se basó en la adaptación de las líneas de investigación del LIR-UC3M en ciencia y tecnología infrarroja a cada caso concreto. Los trabajos que he llevado a cabo en cada proyecto han variado en función de las necesidades, los más significativos son: diseño y puesta a punto de sistemas de medida de imagen espectral infrarroja, planificación de campañas de medida, calibración y test de sistemas de imagen espectral infrarroja, elaboración de modelos radiométricos infrarrojos, manejo de sistemas multi-espectrales e hiper-espectrales, manejo de sistemas de excitación térmica para ensayos de análisis no destructivo infrarrojo, desarrollo de modelos térmicos, y desarrollo y optimización de procesados de imagen, entre otros.

- *CIENCIA Y TECNOLOGÍA PARA LA CARACTERIZACIÓN IN-SITU DE LA ATMÓSFERA DE MARTE. DESARROLLO DEL INSTRUMENTO “DUST SENSOR” PARA LA MISIÓN EXOMARS’18 DE ESA/IKI. FASES A/B y C/D*
 - Organismo financiador: Ministerio de Economía, Industria y Competitividad (MINECO). ESP2015-67624-R
 - Periodo de ejecución previsto: Enero 2016- diciembre 2018.
 - Investigador Responsable: Fernando López Martínez

- Número de investigadores participantes UC3M: 9
- *EMPRESS: ENHANCING PROCESS EFFICIENCY THROUGH IMPROVED TEMPERATURE MEASUREMENT (H2020)*
 - Organismo financiador: EURAMET's European Metrology Programme for innovation and Research (EMPIR), COMISION EUROPEA (H2020)
 - Entidades participantes: 18 socios (diversos centros de metrología, universidades y empresas europeas), liderados por el National Physical Laboratory (UK)
 - Periodo de ejecución previsto: 2015 - 2018.
 - Investigador Responsable: Fernando López Martínez
 - Número de investigadores participantes UC3M: 9
- *SENSOR DE POLVO MARCIANO MEIGA-METNET BASADO EN UN MICROSENSOR ESPECTRAL INFRARROJO Y EN UN BARREDOR DE POLVO*
 - Organismo financiador: Ministerio de Ciencia e Innovación (MICINN). AYA2011-29967-C05-03
 - Entidades participantes: INTA, UCM, U. Carlos III, U. de Sevilla, U.P. Cataluña
 - Periodo de ejecución previsto: Enero 2012- diciembre 2014.
 - Investigador Responsable: Fernando López Martínez
 - Número de investigadores participantes UC3M: 9
- *OBTENCIÓN EMPÍRICA DE LA DIFUSIVIDAD, CAPACIDAD CALORÍFICA, CONDUCTIVIDAD Y CALOR ESPECÍFICO DE ESPECÍMENES PLANOS SOMETIDOS A FUEGO. VALIDACIÓN MEDIANTE MODELOS.*
 - Tipo de contrato: I+D
 - Empresa/Administración financiadora: Proyecto Prosave2, investigación en sistemas avanzados para un avión más eco-eficiente.
 - Entidades participantes: AIRBUS, CESA, Universidad Carlos III, otros
 - Duración, desde: 2012 hasta: 2014
 - Investigador responsable: Fernando López Martínez

- Número de investigadores participantes UC3M: 8
- *CREACIÓN DE UN SISTEMA MULTICARRIL DE DETECCIÓN DE LAS EMISIONES Y CONSUMOS DEL TRÁFICO CIRCULANTE.*
 - Organismo financiador: Ministerio de Ciencia e Innovación (MICINN). IPT-310000-2010-31
 - Entidades participantes: OPIs: U. Carlos III, CIEMAT; Empresas: TECH-NET, TEVA, TELVENT
 - Periodo de ejecución previsto: 2010- 2013.
 - Investigador Principal: Fernando López Martínez
 - Número de investigadores participantes UC3M: 5
- *CONTRIBUCIÓN DE ESPAÑA A LA MISIÓN JEM-EUSO: TELEDETECCIÓN INFRARROJA DE TEMPERATURA DE NUBES.*
 - Organismo financiador: Ministerio de Economía y Competitividad (MINECO). AYA2012-39115-C03-02
 - Entidades participantes: Universidad Carlos III de Madrid y otros.
 - Periodo de Ejecución: 2012-2014
 - Investigador responsable: Susana Briz Pacheco
 - Número de investigadores participantes UC3M: 8

Bibliografía

- [1] E. Kandare, B. K. Kandola, P. Myler, and G. Edwards. Thermo-mechanical Responses of Fiber-reinforced Epoxy Composites Exposed to High Temperature Environments. Part I: Experimental Data Acquisition. *Journal of Composite Materials*, 44(26):3093–3114, 2010.
- [2] B. Y. Lattimer, J. Oullette, and J. Trelles. Measuring properties for material decomposition modeling. *Fire and Materials*, 35:11–7, 2011.
- [3] Carmen Branca, Colomba Di Blasi, Antonio Galgano, and Eva Milella. Thermal and kinetic characterization of a toughened epoxy resin reinforced with carbon fibers. *Thermochimica Acta*, 517(1,2):53 – 62, 2011.
- [4] Duy Quang Dao, Thomas Rogaume, Jocelyn Luche, Frank Richard, Lucas Bustamante Valencia, and Sindonie Ruban. Thermal degradation of epoxy resin/carbon fiber composites: Influence of carbon fiber fraction on the fire reaction properties and on the gaseous species release. *Fire and Materials*, 2014.
- [5] AP Mouritz, S Feih, E Kandare, Z Mathys, AG Gibson, PE Des Jardin, SW Case, and BY Lattimer. Review of fire structural modelling of polymer composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(12):1800–1814, 2009.
- [6] J. B. Henderson, J. A. Wiebelt, and J. A. Tant. A model for the thermal response of polymer composite materials with experimental verification. *J Compos Mater*, 19:579–95, 1985.

- [7] Hugh LN McManus and George S Springer. High temperature thermomechanical behavior of carbon-phenolic and carbon-carbon composites, i. analysis. *Journal of Composite Materials*, 26(2):206–229, 1992.
- [8] N. Dodds, A.G. Gibson, D. Dewhurst, and J.M. Davies. Fire behaviour of composite laminates. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 31(7):689–702, jul 2000.
- [9] AG Gibson, TNA Browne, S Feih, and AP Mouritz. Modeling composite high temperature behavior and fire response under load. *Journal of Composite Materials*, 46(16):2005–2022, 2012.
- [10] ISO-2685:1998. Aircraft-Environmental test procedure for airborne equipment-Resistance to fire in designated zones, 1998.
- [11] W.J. Parker, R.J. Jenkins, C.P. Butter, and G. L. Abbot. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity. *J. Appl. Phys.*, 32:1679–1684, 1961.
- [12] A. G. Gibson and A. P. Mouritz. *Fire Properties of Polymer Composite Materials*. Springer, 2006.
- [13] Sergei Levchik and Charles A Wilkie. Char formation. *Fire retardancy of polymeric materials*, pages 171–215, 2000.
- [14] Vytenis Babrauskas and William J Parker. Ignitability measurements with the cone calorimeter. *Fire and Materials*, 11(1):31–43, 1987.
- [15] James E Brown, Emil Braun, William H Twilley, et al. *Cone calorimeter evaluation of the flammability of composite materials*. Citeseer, 1988.
- [16] Esko Mikkola and Indrek S Wichman. On the thermal ignition of combustible materials. *Fire and Materials*, 14(3):87–96, 1989.
- [17] Fu-Yu Hsieh and Harold D Beeson. Flammability testing of flame-retarded epoxy composites and phenolic composites. *Fire and materials*, 21(1):41–49, 1997.
- [18] RE Lyon, J Demario, RN Walters, and S Crowley. Flammability of glass fiber-reinforced polymer composites. In *Proceedings of the fourth conference on composites in fire*, pages 15–16, 2005.

- [19] AP Mouritz, Z Mathys, and AG Gibson. Heat release of polymer composites in fire. *Composites Part A: Applied science and manufacturing*, 37(7):1040–1054, 2006.
- [20] Usman Sorathia, Carderock Divisi3n, and Richard Lyon. A review of fire test methods and criteria for composites. *SAMPE journal*, 33(4):23–31, 1997.
- [21] April Horner. Aircraft materials fire test handbook. Technical report, DTIC Document, 2000.
- [22] Serge Le Neve. Fire behaviour of structural composite materials. In *5 th Triennial International Aircraft Fire and Cabin Safety Research Conference*, 2007.
- [23] Serge (DGA Aeronautical Systems) Le Neve. AC 20-135 / ISO 2685 Fire tests on components used in fire zones . Comparison of gas burner to oil burner. *International aircraft materials fire test working group*, 2010.
- [24] Franz Evegren, Tommy Hertzberg, and Michael Rahm. Fire tests of frp composite ship structures, 2016.
- [25] FLIR Systems. <http://www.flir.es>.
- [26] Sensia-Solutions. <http://sensia-solutions.com>.
- [27] IRCAM. <http://www.ircam.eu>.
- [28] ULIS. <https://www.ulis-ir.com>.
- [29] SCD-Semiconductor Devices. <http://www.scd.co.il>.
- [30] Fluke. <http://en-us.fluke.com/products/infrared-cameras>.
- [31] DRS Technologies. <http://www.drsinfrared.com/>.
- [32] Yole Developpement. Uncooled infrared imaging: Commercial & military applications, 2012.
- [33] Markets and Markets. Infrared and thermal imaging systems market by technology, by subsector, by application, by geography - forecasts and analysis 2014-2019, 2013.
- [34] W.L. Wolfe, United States. Office of Naval Research, and University of Michigan. *Handbook of Military Infrared Technology*. Office of Naval Research, Department of the Navy, 1965.

- [35] Juan Meléndez, José Manuel Aranda, Antonio Jesús de Castro, and Fernando López. Measurement of forest fire parameters with multi-spectral imaging in the medium infrared. *Quantitative InfraRed Thermography Journal*, 3(2):183–199, 2006.
- [36] Volker Tank, Hardy Pfanz, and Hermann Kick. New remote sensing techniques for the detection and quantification of earth surface co 2 degassing. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 177(2):515–524, 2008.
- [37] M. Vollmer and K.P. Mollmann. *Infrared Thermal Imaging. Fundamentals, Research and Applications*. Wiley, 2001.
- [38] Xavier PV Maldague. *Nondestructive testing handbook: Infrared and thermal testing*. American Society for Nondestructive Testing, 2001.
- [39] Xavier Maldague. *Theory and practice of infrared technology for nondestructive testing*. Wiley, 2001.
- [40] NA Diakides and JD Bronzino. *Medical infrared imaging*. CRC press, 2007.
- [41] Gerald C Holst. *Common sense approach to thermal imaging*. SPIE Optical Engineering Press Washington, DC, USA:, 2000.
- [42] Fred E. Nicodemus and GEORGE J. Zissis. Methods of radiometric calibration. Technical report, DTIC Document, 1962.
- [43] Gilbert Gaussorgues. *La thermographie infrarouge: principes-technologie-applications*. Technique et documentation lavoisier, 1984.
- [44] K Kanayama. Apparent directional emittances of v-groove and circular-groove rough surfaces. *Heat Transfer–Jpn. Res*, 1:11–22, 1972.
- [45] William L Wolfe and George J Zissis. The infrared handbook. the infrared information analysis (iria) center. *Environmental Research Institute of Michigan, 4th Printing*, 1993.
- [46] Eustace L. Dereniak and G D Boreman. *Infrared detectors and systems*. Wiley, 1996.
- [47] David P DeWitt and Gene D Nutter. *Theory and practice of radiation thermometry*. Wiley Online Library, 1988.
- [48] Surrey. Vantablack. url<https://www.surreynanosystems.com/vantablack>.

- [49] Robert P Bauman. Molecular vib-rotors: The theory and interpretation of high resolution infrared spectra (allen, harry c., jr.; cross, paul c.). *J. Chem. Educ.*, 41(7):408, 1964.
- [50] Transmittance — wikipedia, the free encyclopedia, 2016. [Online; accessed 29-June-2016].
- [51] Norbert Kaiser, Hans K. Pulker, and SpringerLink (Online service). *Optical Interference Coatings*, volume 88. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2003.
- [52] Telops. Multispectral ir cameras. url<http://telops.com/products/multispectral-cameras>.
- [53] Julie Klein. *Multispectral imaging : aberrations and acquisitions from different viewing positions*. PhD thesis, Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, 2016.
- [54] Telops. Hyperspectral ir cameras. url<http://telops.com/products/hyperspectral-cameras>.
- [55] Marvin E. Klein, Bernard J. Aalderink, Roberto Padoan, Gerrit de Bruin, and Ted A.G. Steemers. Quantitative Hyperspectral Reflectance Imaging. *Sensors*, 8(9):5576–5618, sep 2008.
- [56] M. A. Rodríguez-Conejo and Juan Meléndez. Hyperspectral quantitative imaging of gas sources in the mid-infrared. *Applied Optics*, 54(2):141, jan 2015.
- [57] Paolo G Cielo. *Optical techniques for industrial inspection*. Academic Press, Boston, 1988.
- [58] John W Zeller, Harry Efstathiadis, Gourav Bhowmik, Pradeep Haldar, Nibir K Dhar, Jay Lewis, Priyalal Wijewarnasuriya, Yash R Puri, and Ashok K Sood. Development of ge pin photodetectors on 300 mm si wafers for near-infrared sensing. *Int. J. Engr. Res. Tech*, 8(1):23–33, 2015.
- [59] David P Incropera, Frank P and DeWitt. *Fundamentos de transferencia de calor*. Pearson Educación, 1999.
- [60] YS Touloukian, RW Powell, CY Ho, and PG Klemens. Thermophysical properties of matter-the tprc data series. volume 1. thermal conductivity-metallic elements and alloys. Technical report, DTIC Document, 1970.

- [61] John H Lienhard Iv and John H Lienhard. A heat transfer textbook. *Journal of Heat Transfer*, 108(1):198, 1986.
- [62] RM Sullivan and NJ Salamon. A finite element method for the thermochemical decomposition of polymeric materials - i. theory. *International Journal of Engineering Science*, 30(4):431–441, 1992.
- [63] Yu.I. Dimitrienko. Thermomechanical behaviour of composite materials and structures under high temperatures: 1. Materials. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 28(5):453–461, jan 1997.
- [64] A. G. Gibson, Y-S Wu, H. W. CHandler, J. A. D. Wilcox, and P. A. Bettess. A model for the thermal performance of thick composite laminates in hydrocarbon fires. *Rev L Inst Franc Petrol*, 50:69–74, 1995.
- [65] V. Urso Miano and a. G. Gibson. Fire model for fibre reinforced plastic composites using apparent thermal diffusivity (ATD). *Plastics, Rubber and Composites*, 38(2):87–92, 2009.
- [66] V Urso Miano. *Modelling Composite Fire Behaviour Using Apparent Thermal Diffusivity*. PhD thesis, Newcastle University, 2011.
- [67] David Dollimore. The application of thermal analysis in studying the thermal decomposition of solids. *Thermochimica acta*, 203:7–23, 1992.
- [68] Joseph H Flynn and Leo A Wall. A quick, direct method for the determination of activation energy from thermogravimetric data. *Journal of Polymer Science Part C: Polymer Letters*, 4(5):323–328, 1966.
- [69] R Cunnigham and H McManus. Experimental investigation and modeling of high temperature degradation mechanisms. Technical report, NASA/CR-97-206190. NASA Lewis Research Center, March, 1996.
- [70] Brian Y. Lattimer and Jason Ouellette. Properties of composite materials for thermal analysis involving fires. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(7):1068–1081, jul 2006.
- [71] Austin a. Richards and Brian K. Cromwell. Superframing: scene dynamic range extension of infrared cameras. In Ronald G. Driggers and David A. Huckridge, editors, *Proc. SPIE 5612, Electro-Optical and Infrared Systems: Technology and Applications, 199*, page 199. International Society for Optics and Photonics, dec 2004.

- [72] LABVIEW. version labview 2009. <http://www.ni.com/labview>.
- [73] ENVI. version 4.7, 2009.
- [74] MATLAB. version 8.5.0 (r2015a), 2015.
- [75] Miguel Ángel Rodríguez Conejo. *Teledetección de gases mediante imagen hiper-espectral por transformada de Fourier en el infrarrojo medio. Una contribución al problema de la cuantificación y la reducción de la dimensionalidad*. PhD thesis, Universidad Carlos III de Madrid, 2016.
- [76] MODTRAN. version 5.2.0.0, 2010.
- [77] J. Meléndez, A. Foronda, J. M. Aranda, F. López, and F. J. López del Cerro. Infrared thermography of solid surfaces in a fire. *Measurement Science and Technology*, 21:105504, 2007.
- [78] Robert P. Madding. Emissivity measurement and temperature correction accuracy considerations. In Dennis H. LeMieux and John R. Snell, Jr., editors, *Spie Conference on Thermosense XXI*, volume 3700, pages 393–401. International Society for Optics and Photonics, mar 1999.
- [79] Curt H Liebert and Robert R Hibbard. *Spectral emittance of soot*. National Aeronautics and Space Administration, 1970.
- [80] Seymour Stern and Douglas Dierdorf. Thermogravimetric analysis (tga) of various epoxy composite formulations. Technical report, DTIC Document, 2005.
- [81] DM McCann and MC Forde. Review of ndt methods in the assessment of concrete and masonry structures. *NDT & E International*, 34(2):71–84, 2001.
- [82] Carsten Beine, Christian Boller, Udo Netzelmann, Felix Porsch, SV Ramanan, Martin Schulze, Andrey Bulavinov, and Henning Heuer. Ndt for cfrp aeronautical components a comparative study. In *2nd International Symposium on NDT in Aerospace, Bremen, 22nd to 24th November*, 2010.
- [83] S Bagavathiappan, BB Lahiri, T Saravanan, John Philip, and T Jayakumar. Infrared thermography for condition monitoring—a review. *Infrared Physics & Technology*, 60:35–55, 2013.
- [84] EFJ Ring and K Ammer. The technique of infrared imaging in medicine. In *Infrared Imaging*. IOP Publishing, 2015.

- [85] Dudley Cecil Creagh and David Bradley. *Physical techniques in the study of art, archaeology and cultural heritage*, volume 2. Elsevier, 2007.
- [86] Patrick O. Moore. *Nondestructive Testing Handbook, Overview*, volume 10. The American Society for Nondestructive Testing, 2012.
- [87] Steven M. Shepard. Advances in pulsed thermography. In Andres E. Rozlosnik and Ralph B. Dinwiddie, editors, *SPIE*, pages 511–515. International Society for Optics and Photonics, mar 2001.
- [88] D Balageas. Early detection of thermal contrast in pulsed stimulated infrared thermography. *QIRT Open Archives*, 1995.
- [89] G. Busse, D. Wu, and W. Karpen. Thermal wave imaging with phase sensitive modulated thermography. *Journal of Applied Physics*, 71(8):3962, 1992.
- [90] Robert Osiander, Jane W Maclachlan Spicer, and John C Murphy. Analysis methods for full-field time-resolved infrared radiometry. In *Aerospace/Defense Sensing and Controls*, pages 218–227. International Society for Optics and Photonics, 1996.
- [91] F Righini and A Cezairliyan. Pulse method of thermal diffusivity measurements (a review). *High Temperature and High Pressures*, 5:481–501, 1973.
- [92] R. E. Taylor. Critical evaluation of flash method for measuring thermal diffusivity. *Rev Int Hautes Temp Refract*, 12(2):141–145, 1975.
- [93] A Degiovanni. Diffusivity and flash method. *Revue Générale de Thermique*, 16(185):420–442, 1977.
- [94] R E Taylor and K D Maglic. Pulse method for thermal diffusivity measurement. *Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods.*, 1:305, 1984.
- [95] Daniel Balageas. Thermal diffusivity measurement by pulsed methods. *High Temperatures and High Pressures*, 21:85–96, 1989.
- [96] Libor Vozár and Wolfgang Hohenauer. Flash method of measuring the thermal diffusivity. A review. *High Temperatures-High Pressures*, 35/36(3):253–264, 2003.
- [97] Jean-Claude Krapez, Leonardo Spagnolo, Martin Frieß, Hans-Peter Maier, and Günter Neuer. Measurement of in-plane diffusivity in non-homogeneous slabs by applying flash thermography. *International Journal of Thermal Sciences*, 43(10):967–977, oct 2004.

- [98] KB Larson and K Koyama. Correction for Finite Pulse Time Effects in Very Thin Samples using the Flash Method of Measuring Thermal Diffusivity. *Journal of Applied Physics*, 1967.
- [99] Agustín Salazar, Raquel Fuente, Estibaliz Apiñaniz, and Arantza Mendioroz. Thermal diffusivity of nonflat plates using the flash method. *The Review of scientific instruments*, 82(1):014902, jan 2011.
- [100] Agustín Salazar, Arantza Mendioroz, Estibaliz Apiñaniz, Christophe Pradere, Frédéric Noël, and Jean-Christophe Batsale. Extending the flash method to measure the thermal diffusivity of semitransparent solids. *Measurement Science and Technology*, 25(3):035604, mar 2014.
- [101] A Degiovanni, M Laurent, and R Prost. Mesure automatique de la diffusivité thermique. *Revue de Physique Appliquée*, 14(11):927–932, 1979.
- [102] R Taylor. Construction of apparatus for heat pulse thermal diffusivity measurements from 300–3000K. *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, 13(11):1193–1199, nov 1980.
- [103] He Guanhu, Tao Jiping, Cao Dajiu, Dong Shuqing, and Zhou Benlian. A computerized laser-pulse equipment for measuring thermophysical properties. In *Thermophysical Properties: Proceedings of the 1st Asian Thermophysical Properties Conference, April 21-24, 1986, Beijing, China*. China Academic Publishers, 1986.
- [104] Vladimir V Mirkovich, Peter S Gaal, and James H Kareis. A Computerized Thermal Diffusivity Apparatus. In *Thermal Conductivity 20*, pages 347–355. Springer US, Boston, MA, 1989.
- [105] Torgim Log and T Barrett Jackson. Simple and Inexpensive Flash Technique for Determining Thermal Diffusivity of Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 74(5):941–944, may 1991.
- [106] K. D. Maglić and R. E. Taylor. The Apparatus for Thermal Diffusivity Measurement by the Laser Pulse Method. In *Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods*, pages 281–314. Springer US, Boston, MA, 1992.
- [107] J Hartmann, O Nilsson, and J Fricke. Thermal Diffusivity Measurements on Two-Layered and Three-Layered Systems with the Laser-Flash Method. *High Temp. High Press*, 25(4), 1993.

- [108] A. Cezairliyan, T. Baba, and R. Taylor. A high-temperature laser-pulse thermal diffusivity apparatus. *International Journal of Thermophysics*, 15(2):317–341, mar 1994.
- [109] Libor Vozár. *Flash Method for thermal diffusivity measurement: Theory and Praxis*. Constantine the Philosopher University, 2001.
- [110] Libor Vozar and Wolfgang Hohenauer. Measurement of the thermal diffusivity by the laser-flash method with repeated pulses. *High Temperatures. High Pressures*, 33(1):9–16, 2001.
- [111] R E Taylor, L R Holland, and R K Crouch. Thermal diffusivity measurements on some molten semiconductors. *High Temperatures. High Pressures*, 17(1):47–52, 1985.
- [112] Raymond E Taylor, Hans Groot, and Jack B Henderson. Thermal diffusivity and electric resistivity of molten materials. *High Temperatures. High Pressures*, 25(5):569–576, 1993.
- [113] Y Maeda, H Sagara, R P Tye, M Masuda, H Ohta, and Y Waseda. A high-temperature system based on the laser flash method to measure the thermal diffusivity of melts. *International journal of thermophysics*, 17(1):253–261, 1996.
- [114] M Sheindlin, D Halton, M Musella, and C Ronchi. Advances in the use of laser-flash techniques for thermal diffusivity measurement. *Review of scientific instruments*, 69(3):1426–1436, 1998.
- [115] Masayuki Murabayashi, Yoichi Takahashi, and Takashi Mukaibo. Measurement of Heat Capacity at High Temperatures by Laser Flash Method Heat Capacity of Alumina. *Journal of Nuclear Science and Technology*, 7(6):312–316, 1970.
- [116] C Ronchi, W Heinz, M Musella, R Selfslag, and M Sheindlin. A universal laser-pulse apparatus for thermophysical measurements in refractory materials at very high temperatures. *International journal of thermophysics*, 20(3):987–996, 1999.
- [117] Tetsuya Baba and Akira Ono. Improvement of the laser flash method to reduce uncertainty in thermal diffusivity measurements. *Measurement Science and Technology*, 12(12):2046–2057, dec 2001.
- [118] Netzsch Gerätebau GmbH. <https://www.netzsch-thermal-analysis.com>.
- [119] Linseis Messgeräte GmbH. <http://www.linseis.com/>.

- [120] Hensel Performing Light. <http://hensel.eu>.
- [121] Tadahiko Azumi and Yoichi Takahashi. Novel finite pulse-width correction in flash thermal diffusivity measurement. *Review of Scientific Instruments*, 52(9):1411–1413, 1981.
- [122] S Sánchez-Carballido, C Justo-María, J Meléndez, F Cortés, F López, and FJ López del Cerro. Experimental determination of the thermal parameters of carbon fiber-composite materials exposed to fire by infrared imaging pulse thermography. *International Journal of Thermophysics*, 34(8-9):1606–1616, 2013.
- [123] H Stehfest. Algorithm 368: numerical inversion of laplace transforms. *Communications of the ACM*, 13(1):47–49, January 1970.
- [124] Jeffrey C Lagarias, James A Reeds, Margaret H Wright, and Paul E Wright. Convergence properties of the nelder–mead simplex method in low dimensions. *SIAM Journal on optimization*, 9(1):112–147, 1998.
- [125] Rainer Krankenhagen and Christiane Maierhofer. Measurement of the radiative energy output of flash lamps by means of thermal thin probes. *Infrared Physics & Technology*, 67:363–370, 2014.
- [126] R. M. Lequin. Guide to the Expression of Uncertainty of Measurement: Point/Counterpoint. *Clinical Chemistry*, 50(5):977–978, may 2004.
- [127] L. Vozár and W. Hohenauer. Uncertainty of thermal diffusivity measurements using the laser flash method. *International Journal of Thermophysics*, 26(6):1899–1915, 2005.
- [128] M. Akoshima and T. Baba. Study on a Thermal-diffusivity Standard for Laser Flash Method Measurements. *International Journal of Thermophysics*, 27(4):1189–1203, jul 2006.
- [129] COMSOL Multiphysics. <https://www.comsol.com>.
- [130] J. E J Staggs. Estimating the thermal conductivity of chars and porous residues using thermal resistor networks. *Fire Safety Journal*, 37(1):107–119, 2002.
- [131] J. E J Staggs. Heat and mass transport in developing chars. *Polymer Degradation and Stability*, 82(2):297–307, 2003.
- [132] F. Galmiche X. Maldague and A. Ziadi. Advances in pulsed phase thermography. *Infrared Physics and Technology*, 43(3-5):175–181, jun 2002.

- [133] S. Marinetti V.P. Vavilov. Pulsed phase thermography and fourier analysis thermal tomography. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 35(2):134–145, 1999.
- [134] Andrew A Johnston. *An integrated model of the development of the process-induced deformation in autoclave processing of composite structures*. PhD thesis, The University of British Columbia, Vancouver, 1997.
- [135] Messiha T. Saad, Sandi G. Miller, and Torrence Marunda. Thermal characterization of IM7/8552-1 carbon-epoxy composites. In *ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition*, 2014.
- [136] B. Y. Lattimer, J. Oullette, and J. Trelles. Thermal response of composite materials to elevated temperatures. *Fire Technology*, 47(4):823–850, 2009.